

**NEUE STRUKTURBESTIMMUNG DES
ANORTHITS UNTER BERÜCKSICHTIGUNG
MÖGLICHER ALTERNATIVEN**

Christian Kalus

1978

NEUE STRUKTURBESTIMMUNG DES ANORTHITS

UNTER BERÜCKSICHTIGUNG MÖGLICHER ALTERNATIVEN

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung der Doktorwürde
des Fachbereichs für Geowissenschaften
der Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von

Christian Kalus
aus Ratibor

München 1978



1. Berichterstatter: Prof. Dr. H. Jagodzinski
2. Berichterstatter: Univ.-Doz. Dr. G. Nagorsen

Tag der mündlichen Prüfung: 2. März 1978

INHALTSVERZEICHNIS

	Seite
1. Kapitel Neue Strukturuntersuchung am Anorthit - warum ?	1
1.1. Einleitung	1
1.2. Problemstellung	3
1.3. Dauprinzip des Anorthits	4
1.4. Der reziproke Raum - Charakteristika	10
1.5. Probleme mit der Anorthitstruktur	12
1.5.1. Die gemittelte Struktur	12
1.5.2. Al/Si - Verteilung	12
1.5.3. Die Feinstruktur des Anorthits	14
1.5.4. Momometrien	16
1.5.5. Inversionszentrum	17
2. Kapitel Messungen und Ergebnisse	18
2.1. Messungen	19
2.1.1. Röntgenmessungen mit Mo und Cu	19
2.1.2. Neutronenmessung	20
2.1.3. Gitterkonstanten	22
2.1.4. Datenreduktion	23
2.2. Ergebnisse	26
2.2.1. Direkte Methoden	26
2.2.1.1. Verfeinerung der gemittelten Struktur	29
2.2.2. Bestimmung der Feinstruktur des Anorthits ($\bar{1}$ in (000))	30
2.2.2.1. Basiszentrierte Näherung	31
2.2.2.2. Primitive Anorthitstruktur	33
2.2.2.3. Die anderen Inversionszentren	36
2.2.3. Verfeinerung der Struktur bei T=55K	39
2.2.4. Anomalstreuung	42
2.2.5. Analyse der d-Reflexe	42
2.2.6. Varianzanalyse	43
2.2.7. Fehlordnung	45
3. Kapitel Strukturelle Unterschiede zwischen Raum- und Tieftemperatur	47
3.1. Lageparameter und Temperaturfaktor	47
3.2. Abstände und Winkel	48
4. Zusammenfassung	50
Anhang A: Umwegenregung	53
Anhang B: Lösungsweg der direkten Methoden	57
1. Grundlagen	57
2. Anwendung auf Anorthit	62
Anhang C: Tabellen	
C 1 Vergleich einiger Röntgen- F_o von Sanidin mit Albit und Anorthit	64
C 2 Vergleich einiger Neutronen- F_o von Sanidin mit Anorthit	64
C 3 Statistik der F_o für die Mo-Messung	65
C 4 Statistik der F_o für die Cu-Messung	66
C 5 Statistik der F_o für die Neutronenmessung	67
C 6 E-map der Lösung 1	68
C 7 E-map der Lösung 2	69
C 8 Vorzeichenweg der direkten Methoden (Ausschnitt)	70

	Seite
C 9	Varianzanalyse
C 9.1.	Mo-Messung: $\bar{1}$ in (000); ohne Extinktionskorrektur 71
C 9.2.	Mo-Messung: $\bar{1}$ in (000); mit Extinktionskorrektur 71
C 9.3.	Mo-Messung: $\bar{1}$ in (000); falsche Ca-Konfiguration 72
C 9.4.	Neutronenmessung: $\bar{1}$ in (000) 72
C 10	Strukturparameter
C 10.1.	Parameter (xyz) und u_i bei RT und T=55K mit Standardabw. 73
C 10.2.	Verfeinerung der Lagebesetzung der T-Atome 77
C 10.3.	Vergleich einiger Strukturparameter von An_{100} mit An_{98} 78
C 11	Abstände und Winkel
C 11.1.	Tetraederabstände und -winkel 79
C 11.2.	Koordination der Großkationen 83
C 11.3.	T-O-T Winkel 84
C 12	Vergleich von gemessenen und berechneten Strukturaktoren
C 12.1.	a-Reflexe Mo 85
C 12.2.	b-Reflexe Mo 96
C 12.3.	c-Reflexe Mo 106
C 12.4.	d-Reflexe Mo 117
C 13.1.	a-Reflexe Neutronen 127
C 13.2.	b-Reflexe Neutronen 130
C 13.3.	c-Reflexe Neutronen 134
C 13.4.	d-Reflexe Neutronen 136
C 14	$F_o - F_c$ der stärksten 96 d-Reflexe (Mo-Messung) 139
Literaturverzeichnis 140	

Kapitel 1

Neue Strukturuntersuchung am Anorthit - warum?

1.1 Einleitung

Das Mineral Anorthit mit der chemischen Formel $\text{Ca Al}_2 \text{Si}_2 \text{O}_8$ gehört zur großen Mischkristallreihe der Feldspäte (symbolische Formel $\text{M T}_4 \text{O}_8$; M = Kation, T = Tetraederplätze). Diese sind wesentlich am Aufbau der Erdkruste und soweit man bis jetzt weiß, auch wesentlich am Aufbau der Mondhülle beteiligt. Von der chemischen Zusammensetzung her bestehen alle Feldspäte aus dem kaliumreichen Orthoklas ($\text{K Al Si}_3 \text{O}_8$), dem Na-reichen Albit ($\text{Na Al Si}_3 \text{O}_8$) und dem Ca-reichen Anorthit. Dieses ternäre System ist, obwohl alle Feldspäte zur Gruppe der Gerüstsilikate gehören und strukturell sehr ähnlich sind, eines der kompliziertesten, das man kennt. Insbesondere die Mischkristallreihe der Plagioklase, das sind Feldspäte mit Na und Ca, aber wenig K-Gehalt, zeichnen sich durch eine Vielzahl von experimentellen Befunden aus. Eine Reihe von Autoren hat bisher zur strukturellen Deutung beigetragen, trotzdem läßt sich die Mannigfaltigkeit der röntgenographischen und elektronenmikroskopischen Beobachtungen noch nicht eindeutig ordnen.

Während der reine Anorthit nahezu "unpathologische" Beugungsbilder aufweist, treten bei Zunahme der anderen Komponente oder bei Ändern der Temperatur diffuse Reflexe und schließlich Satelliten und Supersatelliten auf. Diese bei Plagioklasen reichen Erscheinungsformen treten aber mehr oder weniger bei allen Kristallstrukturen auf. Sie sind ein Ausdruck der "Realstruktur" eines Kristalls im Gegensatz zur idealen, streng periodischen Aneinanderreihung von Elementarzellen mit überall gleichem Inhalt. Das Bild vom "idealen" Kristall und die Tatsache, daß die Natur dieses Bauprinzip weitgehend verwirklicht, hat im Laufe der letzten 60 Jahre die Strukturaufklärung fast aller kristallinen Substanzen ermöglicht. Das Gebiet der "klassischen" Strukturanalyse nähert sich sowohl in der experimentellen Technik als auch im theoretischen Verständnis mehr und mehr einem Vervollkommnungsgrad, so daß Strukturaufklärung in naher Zukunft eine routinemäßige Laborarbeit wird. Schwierigkeiten, nicht prinzipieller Art, gibt es nur bei der Analyse sehr großer Elementarzellen mit mehreren hundert und tausend Atomen. Hierbei stößt man an die Grenze der Leistungs-

fähigkeit auch der größten Digitalrechner. Glücklicherweise sind **solche** Probleme im Bereich der Anorganik selten - so ist beispielsweise der Anorthit mit 52 symmetrisch unabhängigen Atomen eine der kompliziertesten anorganischen Kristallstrukturen. Im Bereich der organischen Kristalle gibt es jedoch sehr viel größere Baueinheiten. Oft ist es schwierig, solche Substanzen in genügender Menge in kristalliner Form zu präparieren, aber selbst wenn, dann zerfallen die Kristalle häufig unter der langen Zeit des Röntgenbeschusses. Mehrere zehntausend Reflexdaten müssen gesammelt werden, wobei man mit heutigen modernen Methoden etwa tausend Daten pro Tag erwarten kann. Die Konsequenz ist dann häufig, sich mit einem geringeren Datensatz zu begnügen, was einer reduzierten Auflösung im Kristallraum entspricht. Hierbei treten dann allerdings prinzipielle Schwierigkeiten auf, da als Streukörper nicht mehr individuelle Atome, sondern Moleküle oder ganze Molekülgruppen auftreten.

Während also die klassische Strukturanalyse, die vom idealen Kristall ausgeht, weitgehend abgeschlossen ist und nur im Bereich der Analyse großer Strukturen eine dynamische Entwicklung erlebt, haben verfeinerte Meßmethoden und theoretische Ansätze es erlaubt, das Augenmerk auf die Realstruktur der Kristalle zu lenken. Als Realstruktur bezeichnen wir jegliche Abweichung von der Idealstruktur, als da sind Fehlstellen, Stapelfehler, Zwillinge, periodische und statistische Domänen, Ausscheidungen usw.

Tatsächlich gibt es keinen Kristall, der im strengen Sinne "ideal" wäre. Zwar ist diese Näherung in den meisten Fällen gut erfüllt, es gibt jedoch auch sehr ausgeprägte Abweichungen. Hierzu zählen die Plagioklase.* Diese Mineralgruppe ist methodisch deswegen so interessant, weil sie bei Variation des Chemismus und der Druck-Temperatur-Bedingungen eine Vielzahl verschiedener Typen von strukturellen Fehlern zeigt.

Das umfassende Ziel, unter dem diese Arbeit eingeordnet ist, wäre es, eine Methodik zur Erforschung der Realstruktur am Beispiel der Plagioklase zu

* Ein anderes Beispiel mit immenser technologischer Bedeutung sind die Kristalle Silicium und Germanium, deren Baufehler und damit deren elektrisches Leitvermögen man in weiten Grenzen steuern kann.

entwickeln, um damit nicht nur eine Wissenslücke im Bereich der Silikatchemie, sondern auch Rüstzeug für eine Reihe anderer "realer" Kristalle bereitzustellen.

Weiterhin besteht die Hoffnung, aus den strukturellen Änderungen Rückschlüsse auf die Druck-Temperatur-Bedingungen zu ziehen und damit einen Beitrag zur Mineralgenese auf der Erde und auf dem Mond zu liefern. Man weiß bisher, daß es markante Unterschiede in den Beugungsbildern irdischer und lunarer Plagioklase gibt, die ihre Entsprechung in unterschiedlichen Entstehungsbedingungen haben müssen.

1.2. Problemstellung

Das allem Feldspäten zugrundeliegende Bauprinzip wurde 1933 von Taylor [50] an Hand eines Sanidins gefunden (Verfeinerung 1973 von Phillips et. al. [43] . Neutronenverfeinerung zur Bestimmung der Al/Si-Verteilung von Brown et.al. [2]). 1934 schloß sich die Struktur des C-zentrierten triklinen Albits an (Taylor et.al. [51]). (Verfeinerung 1958 von Ferguson et.al. [9]). davon ausgehend fanden 1962 Kempster, Megaw und Radoslovich die primitive triklone Anorthitstruktur. In der Plagioklasreihe tritt bei etwa 50% Anorthitgehalt eine weitere einphasige Struktur auf (Klein et.al. [26], Korekawa et.al.[27]). Die gemittelte Struktur dieses Labradorits konnte geklärt werden. An der quantitativen Interpretation der Satellitenintensitäten, aus der man die Überstruktur erhält, wird gearbeitet (Korekawa et.al. [28] , Toman et.al. [52],[53]). Nach neuesten Untersuchungen soll auch Labradorit zweiphasig sein (Olsen 1977 [41]). Jedoch beobachtete der Autor unter drei untersuchten Proben eine ohne Ausscheidungslamellen.

Im Mischbereich zwischen An_{50} und An_{100} beobachtet man eine stetige Zunahme der Diffusität einzelner Reflexgruppen (b- und c-Reflexe; deren Definition s.u.), mit einer Unstetigkeit im Bereich von etwa An_{75} . Die kontinuierliche Änderung läßt den Schluß zu (Jagodzynski, Korekawa [21]), daß sich auch die Struktur der Plagioklase in diesem Mischbereich kontinuierlich vom Labradorit zum Anorthit ändert mit vielleicht einer weiteren

intermediären Bytownit Struktur (An_{75}). Insofern ist die Anorthitstruktur einer der Eckpfeiler für die Plagioklasse.

Das ursprünglich aufgestellte Modell von Kempster et. al. wurde 1971 von Wainwright und Starkey [55] und 1973 von Czank [8] mit innerhalb der Fehlergrenzen gleichen Ergebnissen verfeinert, ohne jedoch die Struktur noch einmal einer gründlichen Revision zu unterziehen. Der von Czank benutzte Anorthit An_{98} des Vorkommens Monte Somme bildete bei 240°C ein innenzentriertes Si-Al-O-Gerüst, allerdings mit nach wie vor primitiver Ca-Verteilung. Dieser Versuch bestätigt den schon öfter gefundenen Befund, wonach eine Änderung der Temperatur oder des Chemismus gleichsinnige strukturelle Änderungen hervorbringen.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, die Strukturbestimmung des Anorthits von Grund auf neu zu überdenken und die aufgetauchten ungelösten Fragen zu klären.

1.3 Bauprinzip des Anorthits

Die Anorthitstruktur läßt sich am einfachsten an Hand des Tetraederaufbaus verstehen. (Megaw [39]). Das Bindungsschema der Al/Si-Tetraeder ist das wesentliche strukturelle Merkmal und ist bei allen Feldspäten gleich.

Wir denken uns zunächst eine idealisierte Struktur aus lauter regelmäßigen Tetraedern, wobei zunächst noch keine Unterscheidung zwischen Aluminium und Silicium gemacht wird. Vier Tetraeder werden im Quadrat angeordnet, wobei zwei gegenüberliegende Tetraeder (T_1) mit den Spitzen nach oben zeigen, das andere Paar (T_2) jedoch um die Verbindungskante nach unten geklappt ist (Fig. 1).

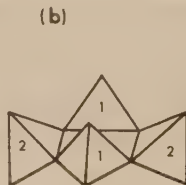
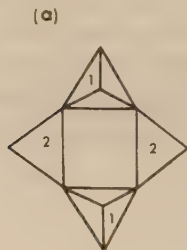
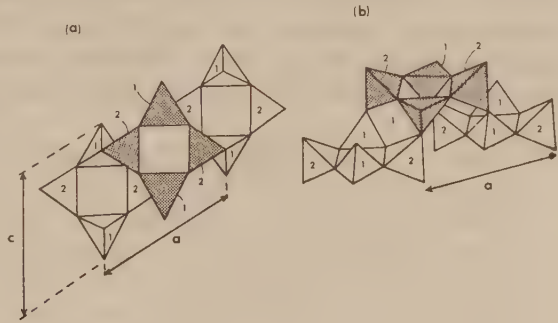


Abb. 1
Idealisierter Vierring
von Tetraedern.
die Tetraeder T_1 weisen mit
der Spitze nach oben,
 T_2 ist um die Verbindungs-
kante nach unten geklappt(b)
nach Megaw [39]

Ein zweites gleichartiges Tetraederviereck wird nun auf dem Kopf stehend auf die Spitzen des ersten gesetzt, so daß sich jeweils ein T_1 und ein T_2 -Tetraeder berühren (Fig. 2).

Abb. 2

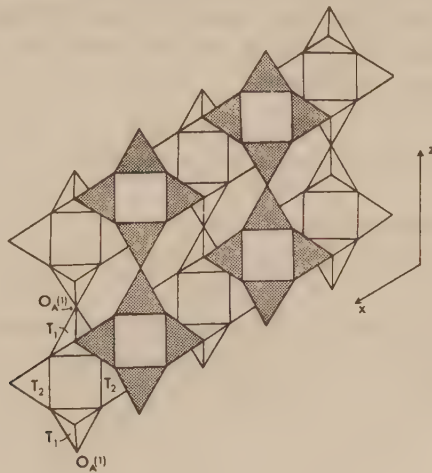
Verknüpfung der Tetraederringe
Der obere umgestülpte Viererring sitzt mit den Spitzen auf dem unteren Ring. T_2 - und T_1 -Tetraeder berühren sich



Der dritte Viererring liegt nach dem gleichen Bauprinzip unter dem zweiten undsofort, bis man die unendliche Kette der Abb. 3 erhält.

Abb. 3

Verknüpfung der Tetraeder
in der x - z Ebene
nach Megaw [39]



Der Winkel β in dieser "idealen" Struktur beträgt 123° . Der tatsächlich gefundene beim Anorthit von 116° kommt diesem also recht nahe. Das unendliche dreidimensionale Gerüst entsteht nun durch Translation in Richtung c und durch eine Spiegelebene parallel (010). Dieses Tetraedergerüst hat die Raumgruppe C 2/m, die man tatsächlich bei Feldspäten, nämlich beim Sanidin und Orthoklas findet. Die Gitterkonstanten dieser idealen Struktur werden ersichtlich nur durch die Tetraederkantenlängen l bestimmt. Aus einfachen geometrischen Überlegungen folgt

$$\tan \beta^* = \frac{1+\sqrt{2}}{1+1/\sqrt{3}} \quad \beta^* = 56.84^\circ \quad \beta^* = 180 - \beta$$

$$a \sin \beta^* = (1 + \sqrt{2}) l$$

$$b = (3 + \frac{2\sqrt{2}}{\sqrt{3}}) l$$

$$c = (1 + \sqrt{3}) l$$

Die wahre Anorthitstruktur ist nicht so regelmäßig aufgebaut, schon die Annahme regulärer Tetraeder, noch dazu ohne Unterscheidung von Si und Al ist grob. Wir wollen jedoch die Gitterkonstanten abschätzen, indem wir sie in einem Vorgriff auf spätere Resultate aus der mittleren Tetraederlänge bestimmen. Nach der Verfeinerung ergab sich für die Kantenlänge l ein Mittelwert

$$l = 2.741 \text{ \AA}$$

$$\text{und für den T-O-Abstand } \langle t \rangle = 1.682 \text{ \AA}$$

In einem regulären Tetraeder gilt

$$l = \frac{4}{\sqrt{6}} t$$

Dies ist nicht für alle individuellen Tetraeder gut erfüllt, jedoch für die Mittelwerte. Rechnet man mit $\langle l \rangle$, so erhält man die Gitterkonstanten der Tab. 1.

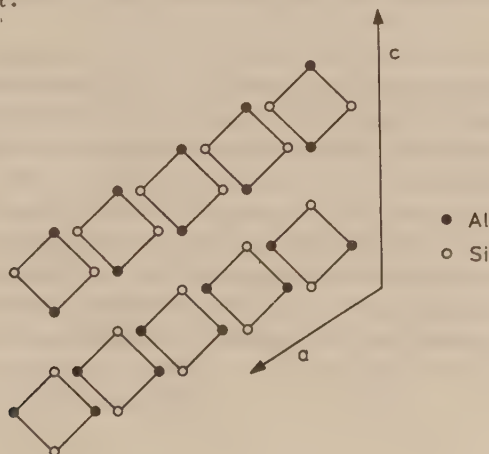
	berechnet	gemessen
a	7.90 Å	8.17 Å
b	12.69 Å	12.87 Å
c	7.49 Å	14.13 Å
	90°	93.21°
β	123.16°	115.86°
	90°	91.32°

Tab. 1

Alle Vorhersagen sind brauchbar bis auf die Gitterkonstante c, die in Wahrheit etwa doppelt so groß ist. Wir wollen uns nun dieser Erscheinung zuwenden. Im Anorthit ist das Al : Si Verhältnis exakt 1:1. Wäre nun, wie zu erwarten, alles Aluminium in T_1 und alles Silizium in T_2 untergebracht, so müßten notwendigerweise Aluminiumtetraeder aneinanderstoßen. Dies widerspricht der von Löwenstein 1954 [33] mehr empirisch als theoretisch begründeten Regel (von der es Ausnahmen gibt), wonach keine zwei Al-Tetraeder aneinanderstoßen. Die einzig mögliche Anordnung ist eine streng alternierende Abfolge von Al- und Si-Tetraedern. Die Hälfte der T_1 und T_2 Plätze sind dann mit Al bzw. Si besetzt. Die Konsequenzen für die Gittermetrik sind erheblich. Wie sofort einzusehen ist, verschwindet die Spiegelebene und wird durch eine c-Gleitspiegelebene ersetzt. Wichtiger noch ist, daß die Gitterkonstante c verdoppelt wird, wie in Abb. 4 sofort zu sehen ist.

Abb. 4

Im Gegensatz zu Abb. 3 folgt in Richtung c auf ein Si- ein Al-Atom. Nur die Tetraederatome sind eingezeichnet.



Man vergleiche dieses Bild mit Abb. 3. Die Verdoppelung in Richtung c verbunden mit der C-Zentrierung führt notwendigerweise auf die Innenzentrierung als neues Symmetrieelement. Da jedoch die Al/Si-Verteilung nicht mehr C-zentriert ist, bleibt als neue Näherung für die Gittermetrik die "Pseudo"-Raumgruppe $I2/c$ mit $c \sim 15 \text{ \AA}$. Unter den Feldspäten gibt es einen, dem Anorthit chemisch sehr ähnlichen Vertreter, der diese Metrik benutzt, nämlich Celsian $\text{Ba Al}_2 \text{Si}_2 \text{O}_8$. Beim Anorthit paßt jedoch das sehr viel kleinere Kation nicht mehr so ideal in den Käfig, wodurch Verzerrungen der Umgebung und in der Folge Symmetrierniedrigung notwendig werden.

Der bisher dargelegte ideale Strukturaufbau von Taylor in seiner Originalarbeit über die Feldspäte abgeleitet aus scharfsinnigen geometrischen Überlegungen und die aus dem optischen Verhalten naheliegende Annahme, es handele sich um Gerüstsilikate, läßt die Frage nach der Position der Kationen noch offen. Käfige, in denen die Kationen bei geringfügiger Verzerrung des Tetraedergerüsts geometrisch Platz fänden, gibt es in Fülle. Deren Zahl läßt sich, betrachten wir die Idealstruktur in der Raumgruppe $C^{2/m}$ mit $c \sim 7 \text{ \AA}$ reduzieren. Da vier Formeleinheiten $M_4 T_4 O_8$ ($M = \text{Kation}$, $T = \text{Si oder Al}$) in der Elementarzelle untergebracht sind, die Zähligkeit der allgemeinen Punktlage acht ist, müssen die Kationen auf speziellen Positionen sitzen. In Frage kommen die Inversionszentren, die 2-zähligen Achsen und die Spiegelebenen.

Eine Reihe der speziellen Lagen sind kristallchemisch indiskutabel, z.B. das Inversionszentrum $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2})$ entspricht der Mitte der von Taylor gefundenen Viererringe von Tetraedern senkrecht etwa zu $[201]$ (nicht identisch mit den früher erwähnten Viererringen). Das Inversionszentrum bei $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, 0)$ mit 6-er Koordination kommt nicht in Frage wegen der zu großen Abstoßungskräfte zwischen Al/Si und Kation. Andere hingegen sind bezüglich Größe und Koordinationszahl möglich. Beispielsweise hat das Inversionszentrum bei $(00, \frac{1}{2})$ eine ideal würfelige Umgebung mit einem theoretischen Kation-Sauerstoffabstand von $2.39 \text{ \AA}$ (berechnet aus der mittleren Tetraederlänge s. Seite 6), wie er tat-

sächlich gefunden wird. Zu diesem Kation muß wegen der Punktzähligkeit zwei eine weitere Lage bei $(0 \frac{1}{2} \frac{1}{2})$ hinzutreten. In ihr ist die Koordinationszahl zehn. Da die zwei zentrosymmetrischen O_{A2} -Atome einen zu geringen Abstand haben, müßte die Umgebung relativ stark verzerrt werden. Leichter geschieht der Einbau des Kations auf der Spiegelebene, die neben $(00 \frac{1}{2})$ noch einen weiteren großen Käfig enthält. Taylor entschied sich mittels "trial and error" an Hand einiger Reflexe für die Kationenposition mit den ungefähren Koordinaten $(0.29, 0, 0.14)$ bezogen auf die $7 \text{ \AA}$ -Zelle. Entlang der zweizähligen Drehachsen gibt es neben den Inversionszentren keine großen Käfige mehr.

Wir haben heute durch statistische Auswertung im Intensitätsraum, allgemein "direkte Methoden" genannt (s. Seite 57), schlagkräftige Hilfsmittel an der Hand, die Taylors Ergebnis stützen. Bei der Frage der Kationenbesetzung, wo die Alternative im wesentlichen zwischen einer Lage $(00 \frac{1}{2}) + (0 \frac{1}{2} \frac{1}{2})$ und $(x, 0, z)$ besteht, sind statistische Methoden besonders sinnvoll. Im ersten Fall würden die Kationen für sich Auslöschungen der Art $h = 2n + 1$ und $k = 2n + 1$ für alle (hkl) bewirken. Ein solches Verhalten müßte sich in der Intensitätsverteilung trotz des Gerüstanteils deutlich niederschlagen.

Die Frage ist, wie wir von der idealisierten Struktur, von Megaw Aristotyp genannt, zur Anorthitstruktur kommen. Anorthit kristallisiert triklin (Raumgruppe $P \bar{1}$), während der Aristotyp monoklin ist (Raumgruppe $C 2/m$). Die Antwort erhalten wir aus der Betrachtung der Kationenradien und aus der Al/Si-Verteilung. Die Hochform des Kalifeldspats, Sanidin, mit statistischer Verteilung von Al und Si kristallisiert in $C 2/m$, da das große Kaliumion den angebotenen Käfig mit Koordinationszahl 9 voll ausfüllen kann. Hierfür sind im idealisierten Gerüst nur geringfügige Tetraederrotationen nötig. Ähnlich verhält es sich mit dem großen Kation Ba^{2+} in der Celsianstruktur (Raumgruppe $I 2/c$). Der Übergang zur Innenzentrierung mit gleichzeitiger Verdoppelung der c-Gitterkonstante erklärt sich aus dem Al : Si - Verhältnis von 1:1 (s. oben). Hingegen kristallisiert weder Albit noch Anorthit, nicht einmal der Hochalbit, mit statistischer Si/Al-Verteilung monoklin. Der Grund liegt darin, daß die kleinen Na^+ und Ca^{2+} -Ionen die Käfige nicht ausfüllen, sondern

zu 7-er bzw. 6-er Koordination streben. Die Folge ist eine weitgehende Verzerrung der Kationumgebung mit Erniedrigung der Symmetrie. Albit besitzt die Raumgruppe $C \bar{1}$. Beim Anorthit verschwinden alle Symmetrielemente bis auf das Inversionszentrum.

Gegen diese Ableitung der Anorthitstruktur aus dem Aristotyp ist einzuwenden, daß das Prinzip des isomorphen Ersatzes, dem ich hier stillschweigend gefolgt bin, nicht erfüllt sein muß. So sind zumindest für das Kation andere Positionen denkbar, da die Symmetriebetrachtungen beim Anorthit nicht mehr erfüllt sein müssen. Die Ähnlichkeit der Gittermetriken aller Feldspäte sprechen jedoch ziemlich sicher für einen topologisch gleichen Aufbau. Die Intensitätsdiagramme lassen, bei aller Vorsicht, denselben Schluß zu. Bei niedrigen Beugungsordnungen sind kleine Atomverrückungen nicht wichtig, nur die Unterschiede im Streuvermögen des Kations drücken sich aus.

Tab. C 1 zeigt einen Vergleich der gemessenen Röntgenstrukturfaktoren für die drei Endglieder im Feldspatdiagramm, Sanidin, Tief-Albit, Anorthit. Tab. C 2 vergleicht Neutronenstrukturfaktoren von Sanidin und Anorthit. Die qualitative Übereinstimmung ist deutlich zu erkennen.

1.4 Der reziproke Raum - Charakteristika

Betrachtet man den reziproken Raum, so fällt einem auf, daß systematisch starke neben schwachen Reflexen auftreten. Dies ist sofort ein Indiz für Pseudosymmetrien. Vier unterschiedlich starke Reflexgruppen treten auf, die von Laves und Goldsmith [29] benannt werden in a, b, c-Reflexe, später von Gay und Taylor [11] weiter unterteilt in a, b, c, d-Reflexe. Die Bedingungen für die Miller'schen Indizes lauten:

$$\begin{array}{ll} \text{Reflex a : } h + k + l = 2n & l = 2n \\ \text{b : } h + k + l = 2n & l = 2n + 1 \\ \text{c : } h + k + l = 2n + 1 & l = 2n + 1 \\ \text{d : } h + k + l = 2n + 1 & l = 2n \end{array}$$

In der Reihenfolge a, c, b, d nehmen die Formfaktoren jeweils um etwa den Faktor 2 ab (quantitative Auswertung s. Tab C3-5).

Andererseits läßt die Ableitung der Anorthit aus der Sanidinstruktur einige Vorhersagen über die Intensitätsverteilung im reziproken Raum zu. In der Raumgruppe $C_{2/m}^2$ gibt es nur Reflexe, die der Bedingung genügen

$$h + k = 2n$$

bzw. nach Umindizierung auf die $14 \text{ \AA}$ Zelle

$$h + k + l = 2n, \text{ da } l = 2n \text{ ist.}$$

Setzt man auf die ursprüngliche Sanidinzeile eine weitere in Richtung c auf mit fast identischem Inhalt, so treten nun auch Reflexe mit

$$h + k + l = 2n + 1 \text{ und } l = 2n + 1$$

auf, welche der C-zentrierten $14 \text{ \AA}$ Zelle entsprechen. Zwar sind die Al/Si-Atome nicht C-zentriert, ihr Streuvermögen für Röntgenstrahlen ist aber so ähnlich, daß man sie in guter Näherung als eine Atomsorte betrachten kann. Basisflächenzentrierung, verbunden mit einer Verdoppelung der Gitterkonstante c führt notwendig auf die Innenzentrierung (Celsianstruktur) als neuer Pseudosymmetrie mit Reflexen

$$h + k + l = 2n \text{ und } l = 2n + 1.$$

Ist weder die eine noch die andere Symmetrie exakt erfüllt, so treten auch noch die für ein primitives Gitter fehlenden Reflexe mit

$$h + k + l = 2n + 1 \text{ und } l = 2n$$

auf. Es läßt sich nun schlußfolgern: da die a-Reflexe am stärksten sind, ist die Pseudosymmetrie, eine C-zentrierte $7 \text{ \AA}$ Zelle, am besten erfüllt. Nimmt man die zweitstärkste Reflexgruppe c hinzu, so führt dies auf die C-Zentrierung in einer $14 \text{ \AA}$ Zelle als verfeinerter Beschreibung der wahren Metrik. Die Innenzentrierung (a und b-Reflexe) ist weniger gut erfüllt als die beiden vorhergehenden Pseudosymmetrien.

Wir erwarten also zu jedem Atom mit den Koordinaten

$$(x, y, z) \quad (5)$$

$$\text{drei weitere} \quad (x + \frac{1}{2}, y + \frac{1}{2}, z) \quad (6)$$

$$(x, y, z + \frac{1}{2}) \quad (7)$$

$$\text{und} \quad (x + \frac{1}{2}, y + \frac{1}{2}, z + \frac{1}{2}) \quad (8)$$

wobei die Abweichung symmetrisch äquivalenter Lagen in den letzten drei Zeilen von oben nach unten zunehmen. Woher die Abweichungen rühren, ob von chemischen Unterschieden oder von kleinen Differenzvektoren, ist noch offen. Erst die quantitative Auswertung der Intensitätsstatistik (s. Seite 25) ermöglicht Aussagen hierzu.

1.5 Probleme mit der Anorthit-Struktur

In diesem Abschnitt werden alle Punkte angeführt, die bei der Anorthitstruktur ungeklärt oder fragwürdig waren und die eine Untersuchung im Licht der neuesten Strukturforschung notwendig machten.

1.5.1 Die gemittelte Struktur

Das Bauprinzip des Sanidins ist seit Taylors Arbeit 1933 [50] bekannt. Davon ausgehend fand man alle weiteren Feldspatstrukturen, so auch die des Anorthits, nachdem der Albit bekannt war. Seitdem wurden viele Erkenntnisse mit unterschiedlichen Untersuchungsmethoden zusammengetragen (eine gute Literaturübersicht über die Arbeiten bis 1974 findet man bei Smith [48] und in dem Feldspatband von Mackenzie [34]). jedoch ist meines Wissens nirgendwo der Versuch gemacht worden, die Struktur durch mittlerweile fortgeschrittene Methoden von Grund auf neu zu lösen, oder gegebenenfalls einen besseren Vorschlag zu machen. Taylor selbst schrieb in seiner Zusammenfassung: "... nor does the author claim that the new structure is uniquely determined. The authors structure, however, does give good (though not perfect) agreement between observed and calculated intensities of reflection and additional support is derived from the fact that accepted interatomic distances are retained throughout. It is hoped to investigate fully other important feldspars."

Für den Anorthit soll dies hier geschehen, einerseits durch die Bestimmung der sogenannten "gemittelten Struktur" (Aristotyp) auf unabhängigem Weg, andererseits durch Analyse der Feinstruktur (Abweichung vom Aristotyp).

1.5.2 Al/Si - Verteilung

Es ist schwierig, wenn nicht unmöglich, aus Röntgenbeugungsexperimenten

einen direkten Beweis für die Al/Si-Verteilung zu finden, da das Streuvermögen zu ähnlich ist. Bei rein ionischer Bindung in den Tetraedern, die zwar nicht ganz erfüllt ist, wie man aus den Bindungswinkeln weiß, sind die Energieniveaus der äußeren Elektronen fast gleich, nur die inneren Elektronen sind durch unterschiedliche Kernladungszahlen verschieden gebunden. Das heißt, bei kleinen Beugungswinkeln streuen Aluminium und Silizium gleich, erst bei hohen Beugungsordnungen treten Unterschiede auf. Beim Anorthit hat man zusätzlich das Problem, daß die Lagebesetzungen von pseudosymmetrisch verknüpften Plätzen stark korreliert sind. Die Korrelation mit den Temperaturfaktoren ist ebenfalls groß, weshalb die Angabe eines Prozentgehaltes von Al/Si stets mit einem beachtlichen Fehler behaftet ist.

Kempster et. al. unterschieden zunächst bei ihrer Strukturanalyse des Anorthits nicht zwischen Al und Si. Erst nachdem sich im Lauf der Verfeinerung zwei Häufungspunkte für den T-O Abstand bei 1.614 Å und 1.747 Å zeigten, konnten Silizium und Aluminium den acht kleinen und acht großen Tetraedern zugeordnet werden. Neutronendaten liefern jedoch den direkten Beweis für die Al/Si-Verteilung, da die Streulängen der beiden Atome deutlich verschieden sind. Damit sollte es auch möglich sein, eine eventuelle Fehlordnung von Aluminium und Silizium, wie sie mehr oder weniger bei allen Feldspäten auftritt, nachzuweisen. Loewenstein's "aluminum avoidance rule", weithin akzeptiert, fehlt bisher eine exakte theoretische Begründung, so daß nicht a priori bekannt ist, in welchem Maß sie erfüllt sein muß. Selbst wenn sie exakt gilt, könnte man sich vorstellen, daß eine Fehlordnung auftritt, in dem Sinne, daß die Aluminiumplätze geringe Mengen Silizium aufnehmen und umgekehrt. Smith [48] hat den Fehlordnungsgrad der Anorthite aus den mittleren T-O Bindungslängen abgeschätzt. Danach schwankt die Lagebesetzung von Al auf den Si-Plätzen zwischen -0.04 und +0.03, auf den Al-Plätzen zwischen 0.97 und 1.025. Der Abschätzung liegt die Idee eines linearen Zusammenhangs zwischen Al/Si Gehalt und dem T-O Abstand zugrunde (Ribbe und Gibbs (1969) [46]). Da aber der mittlere T-O Abstand auch von reinen Al- oder Si-Tetraedern unter dem Einfluß der übernächsten Nachbarn nicht konstant ist, nahm Smith an, in der Streuung der Lagebesetzung Details der chemischen Bindung als

Fehlordnung zu sehen. Neutronenmessungen sollten helfen, diesen Punkt zu klären.

1.5.3 Die Feinstruktur des Anorthits

Die Feinstruktur des Anorthits, worunter auch die sukzessive Symmetrierniedrigung zählt, wird wesentlich mitbestimmt durch die Gruppe der schwachen d-Reflexe. Vergleicht man die Meßwerte verschiedener Autoren, beispielsweise von Kempster et. al. $F^k(d)$ mit denen von Ozark $F^c(d)$ und bildet daraus einen R-Wert

$$R = \frac{\sum |F^k(d)| - |F^c(d)|}{\sum |F^k(d)|}$$

so erhält man

$$R = 0.8$$

das heißt, es gibt keine Übereinstimmung. Möglicherweise sind also die d-Reflexe exakt ausgelöscht und ihr Auftreten im Beugungsbild wird durch Umweganregung vorgetäuscht. Diese Annahme würde bedeuten, daß der Anorthit nicht in der Raumgruppe $P\bar{1}$, sondern basis- oder innenzentriert kristallisiert. Weiterhin ist an den Fall zu denken, daß es zwei Modifikationen gibt, wobei die d-Reflexe durch kohärente Streuung an Grenzflächen zweier C- bzw. I-zentrierter Domänen entstehen.

Auch ohne systematische Auslöschung könnte man durch spezielle Wahl der Parameter die d-Reflexe so gut wie zum Verschwinden bringen, wie Jagodzinski und Korekawa [21] gezeigt haben. Der Gedankengang ist folgender: die vier zu den a-Reflexen beitragenden Punktlagen (5), (6), (7), (8) sind entweder durch leichte Variation des Chemismus Δf oder durch kleine Ortsverrückungen Δr verschieden. Betrachten wir den Fall der Verschiebungsvektoren (für Δf läßt sich mit geringer Abänderung dasselbe zeigen), so kann man annehmen, daß die Δr wegen der schwächeren Intensität der b, c, d-Reflexe klein sind. Wir führen nun statt der Ortsvektoren r_i einen Mittelwert $\langle r \rangle$ für alle vier Koordinaten ein, wobei wir jeweils von den vier symmetrisch äquivalenten Nullpunkten (000) , $(00\frac{1}{2})$, $(\frac{1}{2}\frac{1}{2}0)$ und $(\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2})$ aus messen. Es gilt

$$\langle r \rangle = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^4 r_i$$

Damit wird

$$r_i = \langle r \rangle + \Delta r_i$$

Außerdem gilt

$$\sum \Delta r_i = 0$$

Mit diesen Definitionen lautet der Strukturfaktor

$$F(h) = \sum_v f_v e^{2\pi i h \cdot \langle r \rangle_v} \cdot \sum_{i=1}^4 i(h) e^{2\pi i h \cdot \Delta r_{i,v}}$$

wobei $i(h)$ das Phasenglied vom Ursprung der Zelle zur i -ten Teilzelle ist. ($i(h) = 1, e^{2\pi i \frac{1}{2}}, e^{2\pi i \frac{h+k}{2}}, e^{2\pi i \frac{h+k+1}{2}}$) und sich die erste Summation über alle symmetrisch nicht äquivalenten Plätze erstreckt.

Solange $h \cdot \Delta r \ll 1$ ist, kann man entwickeln in

$$F(h) \sim \sum_v f_v e^{2\pi i h \cdot \langle r \rangle_v} \cdot \sum_{i=1}^4 i(h) [1 + 2\pi i h \cdot \Delta r_{i,v}]$$

Aus (1) und (9) folgt für die a-Reflexe

$$F(h) \sim 4 \sum_v f_v e^{2\pi i h \cdot \langle r \rangle_v}$$

das heißt, die a-Reflexe werden nur von den Mittelwerten gesteuert (bei nicht zu hohen Beugungsordnungen), während für die anderen Reflexgruppen gilt

$$F(h) \sim 2\pi i \sum_v f_v e^{2\pi i h \cdot \langle r \rangle_v} \cdot \sum_{i=1}^4 i(h) h \cdot \Delta r_{i,v}$$

Wählt man nun die Differenzvektoren für alle oder fast alle Atome so, daß sie in den Zellen mit dem Ursprung (000), $(00 \frac{1}{2})$ und $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0)$, $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$ jeweils nur entgegengesetzte Vorzeichen haben, dann sind alle oder fast alle d-Reflexe ausgelöscht.

Genau dies ist es, was man aus den Filmaufnahmen sowohl mit Mo als auch mit Co erwarten müßte. Die bisher einheitlich von allen Autoren angegebenen Strukturparameter zeigen diese Auslöschungen aber nicht, weshalb der Verdacht naheliegt, daß die kleinen Verschiebungsvektoren in den Teilzellen falsch sind. Insbesondere für die Kationenplätze gibt es solche Indizien. Zwei der vier symmetrisch unabhängigen Calciumatome haben etwa doppelt so große Temperaturfaktoren wie die beiden anderen. Alle neueren Strukturverfeinerungen zeigen diese Anomalie. Smyth [49] interpretierte die starke Anisotropie als in Wahrheit zwei Calciumlagen mit unterschiedlicher Besetzungszahl. Sein Untersuchungsobjekt war ein lunarer Anorthit mit 7% Na. Czank [8] erhitzte einen Kristall vom Monte Somma mit etwa 2% Na auf 240 °C und erhielt ebenfalls durch Splitten der Ca-Atome erheblich bessere Übereinstimmung der gemessenen und berechneten Strukturamplituden. Die Frage ist, wie sich ein reiner Anorthit verhalten würde. Bleiben die bis-

her bekannten Lageparameter der beiden Kationen erhalten, und kann man sie etwa in Beziehung bringen zu der bei 240°C vermuteten Phasenumwandlung vom primitiven zum innenzentrierten Anorthit? (Frey, Jagodzinski, Prandl [10]). Smyth's verfeinerte Lagebesetzungen werfen zudem die Frage auf, ob der reine Anorthit nicht in Wahrheit azentrisch ist.

Der Befund der Anomalstreuung könnte ebenfalls falsche Verschiebungsvektoren der Ca-Positionen andeuten. Einerseits sind auf Filmaufnahmen mit Molybdän- und mit Kupfer-Strahlung eine Großzahl von d-Reflexen ausgelöscht, andererseits sollte das bisherige Modell des Anorthits zu unterschiedlichen Intensitäten führen, da sich der imaginäre Korrekturterm des Calcium-Formfaktors von $f'' = 0.4$ (für Mo) auf $f'' = 1.4$ (für Cu) erhöht. Zwanglos ergibt sich die Hypothese, die nachzuprüfen ist, daß zumindest die Ca-Atome eine Auslöschung mitmachen, im Widerspruch zum bestehenden Modell.

1.5.4. Homometrien

Bei jeder Strukturanalyse sind Homometrien in Betracht zu ziehen, so auch hier, einerseits für die gemittelte und für die Feinstruktur. Alternativen zur ersten, das sei bereits hier gesagt, müssen sich notwendigerweise aus den multiplen Lösungen der direkten Methoden ergeben (siehe Anhang B). Schwieriger ist der zweite Fall. Aus Abschnitt 2.4. weiß man, daß die Pseudosymmetrien des Anorthits sehr stark sind. Die Gleichungen (5) - (8) von Seite 11 sind nahezu erfüllt, nur um geringe Beträge korrigiert. Hat man nun einen Satz von Verschiebungsvektoren gefunden, der die "Differenzreflexe" b, c, d gut beschreibt, so ist es ohne weiteres denkbar, daß eine andere Verteilung dieser Vektoren auf die vier möglichen Nullpunkte der gemittelten Struktur zum selben Beugungsbild führt. Jedes Atom hat 4! Möglichkeiten. Also gibt es primär $4!^{13} \sim 10^{17}$ homometrische Alternativen für die Feinstruktur. Diese sind unmöglich durch "trial and error" zu eruieren. Im Abschnitt 2.2.2. wird die Anzahl jedoch bis auf wenige nachprüfbare reduziert.

1.5.5. Inversionszentrum

Alle bisherigen Strukturuntersuchungen am Anorthit haben aus guten Gründen die Existenz eines Symmetriezentrums angenommen. 104 unabhängige Atome zu verfeinern ist auch mit heutigen Großrechnern extrem schwierig, wenn nicht unmöglich. Praktische Schwierigkeiten sind selbstverständlich kein gutes Argument. Wichtiger ist, daß man eine Übereinstimmung zwischen berechneten und gemessenen Strukturfaktoren im Rahmen der derzeit hohen Anforderungen erhält. Dennoch gibt es Gründe, die Existenz eines Symmetriezentrums in Frage zu stellen. Sie rühren im wesentlichen daher, daß es bisher nicht gelungen ist, die Überstruktur des Labradorits aus der Annahme zweier zentrischer Albit- und Anorthitphasen zu erklären.

Wenn man das Inversionszentrum akzeptiert, bleibt die Frage, welches das richtige sei. Die Pseudosymmetrie $C\bar{1}$ in einer $\gamma\bar{1}$ - Zelle enthält zwei Sitze von Inversionszentren in (000) und $(\frac{11}{L}\bar{0})$. Durch die Verdoppelung in Richtung c treten zwei bei $(00\frac{1}{L})$ und $(\frac{11}{L}\bar{1})$ hinzu. In $P\bar{1}$ kann aber nur eine der vier Lagen richtig sein. Kempster et.al. 25 entschieden sich durch Vergleich einiger berechneter und berechneter Strukturfaktoren von c- und b-Reflexen für die Alternative (000). Da dies in einem Stadium geschah, wo der R-Wert noch relativ schlecht war, sind die anderen möglichen Zentren noch einmal kritisch zu beleuchten.

Nimmt man die Loewensteinregel als gegeben hin, dann entfällt die C-Zentrierung als Pseudosymmetrie, nur die Zentren in (000) und $(00\frac{1}{L})$ sind möglich. Wir wollen jedoch das Ergebnis nicht präjudizieren und die anderen beiden Möglichkeiten im Auge behalten.

Kapitel 2

Lessungen und Ergebnisse

Dieses Kapitel beschreibt die Meßverfahren und Auswertemethoden zur Lösung der im Kapitel 1, Abschnitt 1.5 beschriebenen Probleme und berichtet über die Ergebnisse. Im Kapitel 3 werden die Ergebnisse diskutiert.

Der eingeschlagene Weg sei kurz skizziert:

1. Untersuchungsobjekte sind reine Anorthite mit ca. 100% An-Gehalt des Vorkommens Val Paseda in Tirol. Solche Kristalle wurden nur von Wainwright et. al. [55] für eine Verfeinerung ausgehend von Megaw's Strukturdaten und von Frey et. al. zur Untersuchung des Phasenübergangs mit Neutronendaten verwendet. Kempster et. al. [25] sowie Czank [8] benutzten Monte Somma-Anorthite mit ca. 98% Ca-Gehalt. Wir wollen jedoch frei von Einflüssen des Chemismus sein. Laufende Untersuchungen Adlhart [1] und Penzkofer [42] zeigen, daß bereits Beimengungen von 2% Na drastische Effekte auf das Beugungsbild haben.
2. Die Neubestimmung der Struktur erfolgt mittels genauer Röntgen-
daten bei Raumtemperatur. Bei der Auswertung soll nicht auf die Albit-
und damit indirekt auf die Sanidinstruktur zurückgegriffen werden, um
möglichst frei von Voraussetzungen zu sein. Als Methode bietet sich
die direkte Vorzeichenbestimmung durch die Σ_2 -Beziehung an (S. unten).
Aussicht auf Erfolg ist zu erhoffen, da die Struktur zumindest in sehr
guter Näherung ein Inversionszentrum besitzt, mithin die Phasen der
Strukturamplituden nur die zwei Werte +1, -1 annehmen können und da
das Streuvermögen der Atome im Anorthit nicht allzu verschieden ist.
Sofern alle Atome lokalisierbar sind, sollten Verfeinerungen nach der
Methode der kleinsten Fehlerquadrate zu den genauen Strukturparametern
führen.
3. Ein vollständiger Neutronendatensatz soll Aufschluß über die Alumi-
nium-Siliziumverteilung liefern, insbesondere im Hinblick auf die Frage,

ob die Alternierung von Al und Si-Tetraedern streng erfüllt ist, oder ob die Tetraeder geringe Beimengungen der jeweils anderen Atomsorte aufnehmen. Die Fehlordnung ist in jedem Fall als klein zu erwarten, und könnte leicht durch die Temperaturschwingung der Atome zugedeckt werden. Daher wurden die Neutronenintensitäten bei tiefer Temperatur gesammelt. Dies ist selbstverständlich für die Bestimmung der Verschiebungsvektoren von großem Vorteil und müßte aufschlußreiche Information über das Verhalten der Calcium-Lagen liefern.

4. Der Einfluß der Anomalstreuung wird durch Vergleich einer Kupfer-röntgenmessung mit den Molybdändaten abgeschätzt. Im günstigen Fall ließe sich die Anomalstreuung zur Vorzeichenbestimmung einiger d-Reflexe nach der Methode von Caticha-Ellis [3] benutzen (s. auch Pohl [44]).

5. Die d-Reflexe spielten bisher eine fragwürdige Rolle. Es wird deshalb versucht, sie durch Vermeiden von Umweganregung und durch höhere Meßzeit genauer zu bestimmen.

6. Am Ende dieses Kapitels steht eine Betrachtung über die Qualität der einzelnen Messungen und der Versuch, noch vorhandene Fehlerquellen aufzudecken. In diesem Zusammenhang erfolgt ein kritischer Vergleich der R-Werte einzelner Reflexgruppen.

2.1 Messungen

2.1.1 Röntgenmessungen mit Mo und Cu

Der untersuchte Kristall vom Vorkommen Val Pasmeda enthält ca. 100% An. Der Chemismus wurde nicht neu bestimmt. Die längsten Ausmaße der kleinen Kristallplatte parallel (-1 -1 1) sind etwa 0.21 x 0.11 x 0.05 mm. Im Lichtmikroskop waren keine Zwillinge zu erkennen.

Für die Mo-Messung diente ein automatisches Einkristalldiffraktometer (AED) von Siemens. Gefilterte Mo-Strahlung, eine Zählkette mit sehr geringer elektronischer Verbreiterung (relative Halbwertsbreite nur 19%), eine darauf optimal abgestimmte Diskriminatoreinstellung und ein kleiner Kollimator sorgen für möglichst untergrundfreie Intensitäten.

Aus einem Halbraum mit einer Begrenzung von $\theta = 30^\circ$ wurden 7952 Reflexe mit der bei diesem Diffraktometer üblichen 5-Punkt-Methode (siehe z.B. Kalus [23]) gemessen. Der statistische Fehler ist im gesamten reziproken Raum in etwa gleich, nur sehr schwache Reflexe haben notwendigerweise höhere Fehler, da sie mit einer festen maximalen Meßzeit gemessen wurden.

Die Cu-Messung wurde auf einem Diffraktometer CAD 4 von Enraf Nonius mit Graphit-Monochromator durchgeführt. Die 10783 Reflexintensitäten stammen aus einer Vollkugel mit $\theta = 70^\circ$. Aus den Friedelpaaren wurden Mittelwerte für insgesamt 5441 Reflexe gebildet. Der höheren statistischen Genauigkeit steht aber der gegenüber Molybdän viel höhere Absorptionseinfluß entgegen.

2.1.2 Neutronenmessung

Für diese Messung wurde ein etwa rechtwinkliges, äußerlich homogen blaßrosa gefärbtes Individuum mit den Maßen ca. $3 \times 4 \times 5$ mm aus einem größeren Kristall vom Val Pasmeda herausgesägt. Sehr viel kleinere Individuen bis herab zu 1 mm^3 sind ebenfalls meßbar, wir wollten jedoch für die d-Reflexe hohe Neutronenausbeuten haben.

Als Meßgerät diente das 4-Kreis-Diffraktometer D 10 am Hochflußreaktor in Grenoble. Es befindet sich in der Leiterhalle am Ende des Strahlrohrs H24, etwa 80 m vom Reaktorkern entfernt.

Wegen des geringen Untergrundes ($< \frac{1}{4} \text{ n} \cdot \text{sec}^{-1}$) und der hohen Flußdichte (ca. $10^6 \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$) ist dieses Gerät besonders geeignet. Die Wellenlänge der mit einem Kupfer-(200)Reflex monochromatisierten thermischen Neutronen liegt bei $\lambda = 1.437 \text{ \AA}$. Der $\lambda/2$ -Anteil, den wir in der 3-Achs-Konfiguration mit einem pyrolitischen Graphit-Analysator gemessen haben, beträgt etwa $\frac{1}{2} \%$, dürfte die d-Reflexe also nicht merklich beeinflussen. Reflexpositionen werden in einer auf dem Tanzboden beweglichen Vollkreis-Eulerwiege eingestellt. Als Strahlungsdetektor dient ein BF_3 -Zählrohr (ebenfalls Tanzbodenprinzip). Der He-Kryostat mit drei kugelförmigen Aluminiumschilden hielt die eingestellte Temperatur von $T = 55.5 \text{ K}$ auf etwa $\frac{1}{2} \text{ K}$ genau.

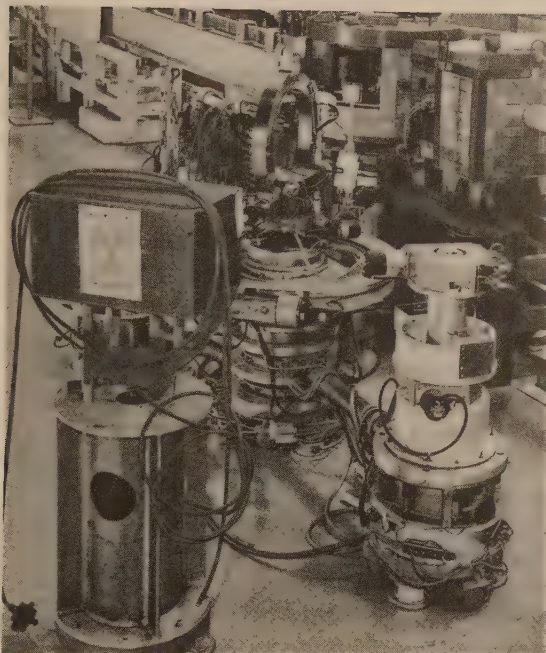


Abb. 5 Neutronendiffraktometer D 10
Bildmitte: Eulerwiege; links: Zählrohr; rechts:
Analysator (abgenommen); hinten: Strahlrohr und
Monochromatorabschirmung.

Die einzelnen Reflexgruppen wurden nacheinander in einem Halbraum mit $\theta < 45^\circ$ gemessen. Zuerst 601 a-Reflexe mit Monitorvorwahl 100 000 gegen den Primärstrahl, dann 314 c-Reflexe und 709 b-Reflexe mit Vorwahl 200 000, am Ende 564 d-Reflexe mit Vorwahl 500 000, insgesamt also 2188 Meßdaten. Neben der höheren Meßzeit haben wir versucht, die d-Reflexe durch Vermeiden von umwegangeregten Reflexen genau zu messen.

Vermeiden der Umweganregung

Der Effekt der Umweganregung wurde 1937 von Renninger [45] entdeckt. Obwohl er allgemein bekannt ist, gibt es doch so gut wie keine Messungen, die die Intensitätsverfälschung vermeiden. Einzelne Reflexe können Fehler bis weit über 100% erleiden (Kalus, Penzkofer [22]). Umweganregung tritt immer dann auf, wenn außer dem in Reflexionsstellung stehenden re-

ziproken Gitterpunkt zufällig ein anderer ebenfalls auf der Ewaldkugel liegt (Erörterung im Anhang A). Daß dieser Fall eintreten kann, sieht man sofort ein, wenn man um den reflektierenden h -Vektor dreht (sogenannte Ψ -Rotation), denn dabei dreht man das reziproke Gitter durch die Ewaldkugel hindurch. Eine Abschätzung (siehe Anhang A) zeigt, daß im Fall des Anorthits bei einem mittleren Beugungswinkel von $\theta = 20^\circ$ und einer Wellenlänge von $\lambda = 1.44 \text{ \AA}$ beim Durchdrehen des reziproken Gitters nicht weniger als 16 600 Fälle von Umweganregung auftreten. Pro Grad Drehung sind dies im Mittel 46 Umwegereignisse. Man könnte also meinen, daß umwegfrei zu messen gar nicht möglich ist. Von Coppens [7] stammt die Idee, nicht alle geometrisch möglichen, sondern nur die intensitätsstärksten Reflexe zu berücksichtigen, denn nur diese liefern einen wesentlichen Beitrag zur Umweganregung. Ich habe daher für jeden einzustellenden d-Reflex die "Umwegpositionen" der 200 stärksten a-Reflexe berechnet (durch die Friedelpaare verdoppelt sich die Zahl), nach der größten Lücke gesucht und in deren Mitte die Messung durchgeführt. Wenn die Winkeleinstellung, was oft genug vorkam, durch den relativ großen mechanischen Schatten vom Kryostaten verboten war, wurde die nächst kleinere erlaubte Lücke genommen. Aus dem Gesagten erhellt, daß diese Meßprozedur einen vollständigen Datensatz, gewonnen z.B. aus einer Vormessung mit kurzer Meßzeit, voraussetzt. Daneben ist sie noch relativ rechenintensiv. Anstelle einer müssen 400 Reflexpositionen berechnet werden. Der gangbarste Weg ist, sich die Winkeleinstellungen für jeden Reflex vorher auszurechnen und vom Meßprogramm über Lochstreifen oder von einer Datei abzurufen.

Leider war es aus Meßzeitgründen nicht möglich, die Verbesserung der Meßgenauigkeit bei den d-Reflexen nachzuprüfen.

2.1.3 Gitterkonstanten

Die Gitterkonstanten wurden aus 25 (bei RT) bzw. 14 (bei $T = 55 \text{ K}$) genau positionierten Reflexen durch Verfeinerung bestimmt. Die Frage war, inwieweit sich die Gittermetrik bei dem großen Temperatursprung von $\Delta T = 218^\circ$ ändert. Die Raumtemperaturdaten stammen vom Diffraktometer CAD 4, da dort jeder Reflex bei positivem und negativem Beugungswinkel meßbar ist, ein Θ -Nullpunktfehler damit herausfällt.

	RT	T = 55 K
a	8.177 (.001)	8.184 (.023)
b	12.871 (.001)	12.918 (.109)
c	14.170 (.001)	14.214 (.055)
α	93.12 (.01)	93.21 (.25)
β	115.91 (.01)	115.82 (.24)
γ	91.27 (.01)	91.32 (.16)
V	1337.67 (.48)	1348.47 (19.77)

(in Klammer : Standardabweichung)

Die Gitterdilatation, die sich bei der Tieftemperaturmessung anzubahnen scheint, ist aber keineswegs signifikant. Zunächst ist zu bemerken, daß die Raumtemperaturmessung am Röntgendiffraktometer zuverlässige Gitterkonstanten liefert. Die statistischen Fehler sind klein, darüber hinaus zeigten Wiederholungen mit anderen Reflexen, daß die Schwankungsbreiten aller Gitterkonstanten etwa innerhalb $1 \cdot 10^{-4}$ liegen. Das heißt, der wahre Fehler dürfte mit dem statistischen identisch sein. Leider ist die Gitterkonstantenbestimmung auf dem Neutronendiffraktometer zu ungenau, um Aussagen über Gitterkonstantenänderungen treffen zu können. Alle Raumtemperaturwerte liegen innerhalb der Schwankungsbreite der Tieftemperaturwerte.

2.1.4 Datenreduktion

Die Intensitätsdaten aller drei Messungen sind wie üblich korrigiert bezüglich Untergrund, Totzeit und Lorentz-Polarisationsfaktor. Die Cu Messung ist außerdem absorptionskorrigiert, indem wir den plättchenförmigen Kristall durch sieben Flächen approximiert haben. Die Auswertung der Neutronenmessung erfolgte nach der Methode der kleinsten Varianz (Lehmann [31]). Die Peakposition und die integrale Intensität ergeben sich aus der Forderung, daß die Varianz des Meßwerts minimal wird. Die Strategie wendet man an, wenn wegen mangelnder geometrischer Genauigkeit der Reflexpeak nicht genau am erwarteten Ort erscheint, sondern aus dem Profil ermittelt werden muß. Ist der Kristall verzwillingt, wie in diesem Fall, dann liefert manchmal der Zwillingsreflex oder die Summe aus beiden die geringere Varianz. Es ist deshalb nötig, aus den Profilbildern aller 2188 Reflexe in 97 Fällen den Zwillingsanteil zu eliminieren (der R-Wert in den Verfeinerungen sinkt dabei von 6.0% auf 3.8%).

Anschließend mitteln wir in jedem Meßwertsatz äquivalente Daten und bringen sie nach der K-Kurvenmethode (siehe Anhang B) auf eine nahezu ab-

solute Skala. Ein allgemeiner isotroper Temperaturfaktor wird berechnet. Die Verteilung der normalisierten Strukturfaktoren E liefert Werte, die über den theoretischen für eine zentrische Struktur liegen.

Jedoch ist dies kein hinreichendes Kriterium für ein Inversionszentrum. Die Aussage der E -Statistik ist lediglich, daß die Zentrosymmetrie, wenn nicht exakt, so doch eine sehr gut erfüllte Pseudosymmetrie darstellt. Die hohen Mittelwerte der E -Verteilungen besagen weiterhin, daß die Struktur keineswegs dem Modell eines statistischen Kugelhaufens nahekommmt, sondern Pseudosymmetrien aufweist.

Die Tabellen C3, C4 und C5 geben getrennt für jede Reflexgruppe die Zahl und den Prozentsatz der nicht beobachteten bzw. der Strukturfaktoren an, die kleiner als $n \cdot \sigma(F)$ sind. Im Gegensatz zu Kempster et. al., wo 93% aller d-Reflexe nicht beobachtbar waren, liegt der Anteil im ungünstigsten Fall (Mo-Messung) bei 16%. Immerhin sind hierbei noch ca. 60% aller d-Reflexe größer als $3 \cdot \sigma(F)$. Ein Vergleich der beiden Röntgenmessungen zeigt, daß das Verhältnis von $F/\sigma(F)$ bei Cu günstiger ist. Der Grund liegt in der höheren statistischen Meßgenauigkeit am Diffraktometer CAD 4 und nicht in größeren Strukturfaktoren, wie die Ähnlichkeit des Gesamtmittelwerts der d-Reflexe bei Mo und Cu beweist.

Die Mittelwerte in den einzelnen Reflexklassen, berechnet aus allen F 's, auch der nicht beobachteten, sind angegeben. Bei allen drei Messungen gilt übereinstimmend, daß die Mittelwerte der a-, c-, b- und d-Reflexe jeweils etwa um den Faktor zwei abnehmen. Das wesentliche Ergebnis hieraus ist, daß die d-Reflexe keineswegs vernachlässigbar sind und folglich strukturell relevant sein müssen, wie im Abschnitt 2.2.5 gezeigt wird. An dieser Stelle sei nochmals auf die Diskrepanz verschiedener Autoren (siehe S. 14) verwiesen.

Noch aufschlußreicher ist die Auftragung der Mittelwerte als Funktion von $\sin \Theta$. Da die Streulängen für Neutronen über den gesamten Bereich konstant sind, erhält man aus diesem Datensatz am meisten Informationen (Abb. 6). Ausgeprägt ist die monotone Zunahme der d-Reflexe. Die b- und c-Reflexe nehmen, abgesehen von leichten Oszillationen, ebenfalls zu, jedoch relativ nicht so stark. Das selbe Verhalten erkennt man auch bei den Röntgendaten. Dort wird die Zunahme der Reflexstärken bei den

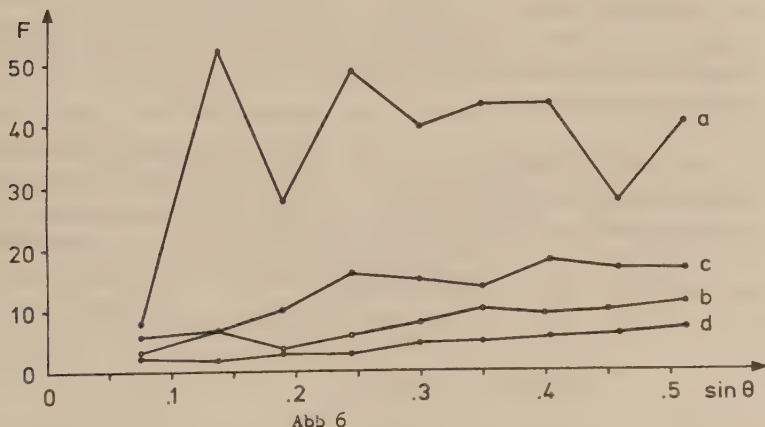
d-Reflexen durch das Abklingen des Streuvermögens gerade kompensiert. Nun läßt sich auch die im Abschnitt 1.4 angeschnittene Frage beantworten, ob die Unterschiede in den Teilzellen des Anorthits vom Chemismus oder von kleinen Verschiebungsvektoren herrühren. Gleichung (10), die die Struktur durch Ortsverrückungen beschreibt, sagt aus, daß die F's der b-, c- und d-Reflexe als Funktion von $\sin \theta$ zunehmen (wir betrachten nur den Neutronenfall mit $f_v = \text{const.}$). Bei Variation des Chemismus lauten die zu (9) und (10) äquivalenten Formeln

$$\text{a-Reflexe} \quad F = \sum \langle f \rangle e^{i\pi i b \cdot x} \quad (11)$$

$$\text{b-, c-, d-Reflexe} \quad F = \sum e^{i\pi i b \cdot x} \cdot \sum_{i=1}^n \Delta f_i \cdot i(b) \quad (12)$$

wobei in Analogie zu früher das Streuvermögen in der Form $f_i = \langle f \rangle + \Delta f_i$ dargestellt ist. An Gleichung (12) sieht man: sofern die f_i nicht von $\sin \theta / \lambda$ abhängen, zeigen die Strukturfaktoren im Mittel kein glanzwinkelabhängiges Verhalten.

Extrapoliert man in Abb. 6 die Graphen der b-, c- und d-Reflexe gegen Null, so deuten sich - bei aller Vorsicht - positive Achsenabschnitte an, wie sie einer Variation des Chemismus entsprechen. Auf jeden Fall sagen die positiven Steigungen aus, daß kleine Atomverschiebungen in der Struktur eine große Rolle spielen, insbesondere, daß auch die d-Reflexe von ihnen gesteuert werden.



Zu Abb. 6: Mittelwerte der beobachteten Strukturfaktoren einzelner Reflexklassen als Funktion von $\sin \theta$ bei der Neutronenmessung. Die F_0 -Skala ist willkürlich.

Im weiteren Verlauf der Strukturanalyse sind alle Strukturfaktoren mit $F = 0$ unterdrückt. Die Mittelung über äquivalente Reflexe, vor allem bei der Cu-Messung, verkleinert die Datensätze weiter. Folgende Reflexzahlen N stehen nach der Datenreduktion zur Verfügung

	N
Mo	6900
Cu	5441
Neut	1807

2.2 Ergebnisse

Die Röntgendatensätze wurden mit dem Programmsystem SHELX [47] an einem Telefunken-Rechner TR 440 und an einem CDC-Rechner CYBER, die Neutronendaten zum Teil mit dem Programmsystem X-RAY 70 [57] an einer PDP 10 ausgewertet.

2.2.1 Direkte Methoden

Das Vorhaben ist, die Anorthitstruktur ohne Rückgriff auf einfachere Feldspäte, wie den Albit und Sanidin, neu zu lösen. Mögliche andere Kationlagen bzw. homometrische Strukturen sollten erkannt werden. Im Folgenden wird das Ergebnis der direkten Vorzeichenbestimmung nach der Σ_2 -Beziehung an Hand des Molybdädatensatzes beschrieben, Anhang B legt die Grundzüge des eingeschlagenen Weges dar.

Eine Vorbemerkung über das mit direkten Methoden zu erwartende sei vorausgeschickt: Hohe Wahrscheinlichkeit für richtige Vorzeichenbestimmung liefern die großen normalisierten Strukturfaktoren E . Da diese fast ausschließlich unter den a-Reflexen zu finden sind, spiegelt die Fouriertransformierte der E 's (E -map) auch genau deren Symmetrie $C \bar{1}$ in einer $7 \text{ \AA}$ Zelle wieder. Die Mittelwerte der E 's sind der folgenden Tabelle zu entnehmen

	a	b	c	d
E	1.154	0.512	0.891	0.329

Mehr als die gemittelte Struktur ist aller Voraussicht nach nicht zu erwarten, es sei denn, die Vorzeichen einiger großer Strukturamplituden in der c-Gruppe würden bestimmt. Da diese entsprechend ihrer unsicheren Vorzeichen nur mit schwachem Gewicht in die E-maps eingehen, können die direkten Methoden weder die Frage nach dem richtigen Inversionszentrum lösen, noch die Unterschiede in den Subzellen zu Tage fördern.

Die Ergebnisse der Σ_2 -Methode sind folgende: die multiplen Lösungen führen zu vier Sätzen von jeweils 645 Vorzeichen mit hoher Selbstkonsistenz. Deren Zuverlässigkeit (im englischen: "figure of merit") nach zwei Kriterien $L(\text{abs})$ und qt (siehe Anhang B) ist in der Tabelle C 8 angegeben. Die Tabellen C 6, C 7 enthalten die Höhe und die Lage der lokalisierten Maxima der besten E-maps. Lösung 3 und 4 konnten sofort verworfen werden, da zwischen den hohen Peaks zum Teil nicht interpretierbar kurze Abstände von $1.49 \text{ \AA}$ auftreten. Die Lösungen 1 und 2 werden im weiteren näher betrachtet.

Lösung 1

Die Abstände der Maxima bis zur Nummer 58, das sind 56 Atome, streuen um die drei Häufungspunkte $2.36 \text{ \AA}$, $1.70 \text{ \AA}$ und $0.85 \text{ \AA}$. Ab Nummer 59 treten "apurious peaks" mit Bindungslängen von $1.02 \text{ \AA}$ und $1.67 \text{ \AA}$ auf. Da wir 52 Atome erwarten, gibt es in der ersten Gruppe vier zuviel. Die 16 höchsten Peaks identifiziert man leicht als Tetraederatome, da sie jeweils 4-fach mit Vertretern aus der Gruppe zwischen Nummer 25 - 58 gebunden sind. Letztere müssen daher Sauerstoffatome sein, wovon es 32 gibt und nicht 34 (zweimal ist ein Peak doppelt aufgeführt). Die restlichen Maxima (Nummer 17 - 24) weisen zu den Sauerstoffen Abstände zwischen $2.20 - 2.38 \text{ \AA}$ auf. Die direkten Methoden liefern also doppelt so viele mögliche Kationlagen wie erwartet. Jeweils Vierergruppen sind, wie bei allen anderen Atomen, durch die Translationsvektoren (000) , $(00\frac{1}{2})$, $(\frac{1}{2}\frac{1}{2}0)$ und $(\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2})$ verbunden, entsprechend der Eigensymmetrie der a-Reflexe. Zwischen den beiden Vierergruppen treten paarweise Abstände von $0.85 \text{ \AA}$ auf. Warum ist dies so?

Erinnern wir uns an die Eigensymmetrie der a-Reflexe: $C \bar{1}$ in einer $7 \text{ \AA}$ -Zelle. Die Fouriersynthese der a-Reflexe projiziert die gesamte Anorthitstruktur in eine Viertelzelle, nämlich die asymmetrische Einheit von $C \bar{1}$ der $7 \text{ \AA}$ -Zelle. Darin ist jede Atomlage vierfach vorhanden, um kleine Differenzvektoren verschoben. Offenbar ist es nun so, daß einzig die Splitting bei den Kationen groß genug sind, um aufgelöst zu werden, aber nur zweifach. Daher die acht Kationlagen und die gegenüber den T-Atomen niedrigeren Peaks.

Das Ergebnis: Lösung 1 ist topologisch gleich der bisher bekannten Anorthitstruktur, allerdings mit einem Inversionszentrum bei $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} 0)$. Da aber jede Atomlage durch exakte Zentrierung vierfach auftritt, kommt diesem Zentrum gegenüber den anderen keine besondere Bedeutung zu. Ausgehend von dieser Lösung sind daher alle vier Alternativen für die Lage des Symmetriezentrums zu prüfen.

Lösung 2

Sie ist ebenso zu deuten wie die vorherige Lösung. Die Maxima bis einschließlich Nummer 20 sind T-Atome. Danach folgen acht mögliche Kationen und von Nummer 29 - 64 die Sauerstoffatome. Die Kationen treten wieder paarweise mit kleinen Verschiebungsvektoren auf. Alle Atome zusammen ergeben wieder die alte Anorthitstruktur, nun mit einem Inversionszentrum in $(0 \ 0 \ \frac{1}{4})$.

Fassen wir zusammen: von vier Lösungen sind die zwei wahrscheinlichsten quasi identisch (bis auf geringfügige Unterschiede in den Peakhöhen) und stimmen mit der bekannten gemittelten Struktur überein. Die Inversionszentren sind noch nicht festgelegt. Worin besteht der Unterschied zwischen 1 und 2? Auf den ersten Blick sieht es so aus, als ob der Ursprung durch die Vorzeichenpermutation schlicht verschoben ist. Dies ist nicht ganz der Fall. Tabelle C 8 zeigt unter der Vorzeichenlawine die Permutationen für die ersten 13 Reflexe. Die Vorzeichen der Nummern 1 - 8 von Lösung 2 entsprechen dem gegenüber 1 um $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} - \frac{1}{4})$ verschobenen Ursprung. Der Strukturfaktor von (600) jedoch müßte umgedreht sein und mit ihm weitere Reflexe, die auf seinem Stammbaum gründen. Folglich ist Lösung 2 vom Standpunkt der direkten Methoden vollkommen anders. Die E-maps hinwiederum sind fast identisch. Hier tritt also ein zur Homometrie inverser Effekt auf. Verschiedene reziproke Räume geben denselben direkten Raum. Die

exakt ursprungsverschobenen Vorzeichenkombinationen treten selbstverständlich auch auf, deren E-maps werden vom Programm als identisch erkannt.

2.2.1.1. Verfeinerung der gemittelten Struktur

Der nächste Schritt ist, die Feinstruktur zu bestimmen, basierend auf Lösung 1. Da die andere Alternative topologisch gleich ist, bringt sie nichts Neues. In die Verfeinerung der gemittelten Struktur mit den a-Reflexen haben wir alle Atome aus der E-map 1 eingegeben, also auch die acht Kationen. Bei diesen wird die Lagebesetzung mit verfeinert. Die Eigensymmetrie der a-Reflexe entspricht einer C $\bar{1}$ -Zelle mit $c = 7 \text{ \AA}$. Hierin gibt es $52/4 = 13$ unabhängige Atome. Da das Kation bereits gesplittet ist, erhöht sich die Zahl um eins.

Die Angabe eines R-Werts meint, wenn nicht ausdrücklich anders angegeben, stets den gewichteten R-Wert, definiert durch

$$R_w = \left(\frac{\sum w (F_o - F_c)^2}{\sum w F_o^2} \right)^{1/2}$$

wobei die Gewichte w aus dem statistischen Fehler σ der Messung resultieren

$$w = \frac{1}{\sigma^2}$$

und nur die unbeobachteten Strukturfaktoren nicht eingehen.

Ausgehend von $R_w = 0.340$ konvergiert die Rechnung nach 4 Zyklen bei $R_w = 0.101$. Neben dem R-Wert wird im weiteren Verlauf der Strukturbestimmung die Varianz der Strukturfaktoren definiert durch

$$V = \left(\frac{\sum w (F_o - F_c)^2}{M - N_p} \right)^{1/2} \quad \begin{array}{l} M: \text{Zahl der Beobachtungen} \\ N_p: \text{Zahl der Parameter} \end{array}$$

verfolgt, da sie vom statistischen Gesichtspunkt ein besseres Maß für die Übereinstimmung zwischen Modell und Meßwerten ist (siehe Abschnitt 2.2.6). Die Varianz der a-Reflexe beträgt $V_a = 1.176$. Der numerische Wert ist im Moment nicht interessant, nur auf die Änderung beim verfeinerten Modell kommt es an.

Die Lagebesetzungen der zwei Kationlagen sind 0.55 bzw. 0.45, entsprechen also in etwa dem erwarteten Wert von $1/2$. Neben den Kationen sind nun unter 13 Atomen in der Fouriersynthese alle gesplittet, bis auf drei Sauerstoffe.

Der nächste Schritt wird sein, die Feinstruktur des Anorthits zu bestimmen.

2.2.2. Bestimmung der Feinstruktur des Anorthits

Bis hierher ist aus der Verfeinerung der gemittelten Struktur nur bekannt, daß alle Atome (bis auf drei) zweifach gesplittet sind. In Wahrheit tritt jedes Atom sogar vierfach auf, jedoch reicht die Auflösung der Differenzfouriersynthese der a-Reflexe nur aus, um die Abweichung von der Innenzentrierung (bzw. $c/2$ -Zentrierung) zu sehen. Es liegt daher nahe, die Bestimmung der Feinstruktur in zwei Schritten zu versuchen.

1. Zu den a-Reflexen der gemittelten Struktur nehmen wir die nächststärkste Gruppe der c-Reflexe hinzu. Im reellen Raum entspricht dies einer Zelle $C \bar{1}$ mit $c = 14 \text{ \AA}$, in der es nun 26 symmetrisch unabhängige Atome zu bestimmen gibt. In gewissem Sinn ist dies wieder eine gemittelte Struktur, da jedes Atom zweifach gesplittet ist.

2. Hinzunahme der b-Reflexe gibt die wahre Symmetrie des Anorthits $P \bar{1}$ mit $c = 14 \text{ \AA}$ und 52 unabhängigen Atomen.

Die Problematik einer solchen Strukturanalyse besteht in folgendem: die Fouriersynthese der a-Reflexe projiziert die vier Teilzellen des Anorthits in eine. Hierin nun ist jeder Peak vierfach aufgespalten, wie in der schematischen Darstellung der Abb. 7 zu erkennen ist.

Wir kennen nun die gemittelte Struktur, welche Abb. 7 a entspricht, jedoch ist die Aufteilung der Differenzvektoren auf die vier Teilzellen unbekannt. Für jedes Quartett von Atomen hat man $4!$ Möglichkeiten. Diese entsprechen der Anzahl von Permutationen der Ziffer 1234. Da die Anorthitstruktur 13 pseudosymmetrische Quartette enthält, gibt es $4!^{13}$

Alternativen, eine immense Zahl, die sich zunächst nur unwesentlich dadurch reduzieren läßt, daß ein Atom den Ursprung festlegt. Für dessen Quartett sind nur noch 3 ! Alternativen zu berücksichtigen.

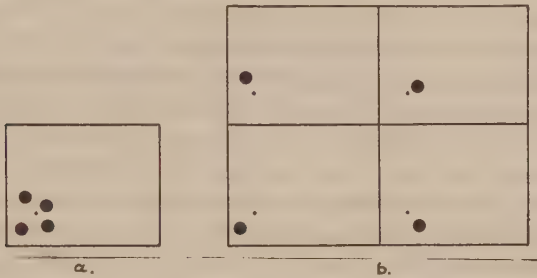


Abb. 7

schematische Darstellung einer pseudosymmetrischen Struktur. a entspricht einer Elektronendichtekarte berechnet mit a-Reflexen für 4 pseudosymmetrisch verknüpfte Atome. Der Punkt in der Mitte gibt den Schwerpunkt der Atome an. b zeigt schematisiert die vier Teilzellen mit den Schwerpunkten wie in a, von denen Differenzvektoren zu den wahren Atomlagen führen.

Im allgemeinen Fall mit m unabhängigen Atomen, wovon jeweils n pseudosymmetrisch verknüpft sind, existieren $(n-1)!n!^{m/n-1}$ Möglichkeiten, die Differenzvektoren den n topologisch gleichen Teilzellen zuzuordnen.

Die hier gestellte Aufgabe, unter rund 10^{17} Alternativen, die eine oder mehrere homometrisch mögliche Strukturen herauszufinden, erschiene hoffnungslos, würde nicht der Zufall, oder besser gesagt, die spezielle Situation des Anorthits uns weiterhelfen.

2.2.2.1. Basiszentrierte Näherung

Glücklicherweise weist die gemittelte Struktur nicht Quartette von Atomen auf, sondern Paare, da die C-Zentrierung als Pseudosymmetrie erheblich besser erfüllt ist als die c-Kanten-Zentrierung. Wir wissen also, daß die jeweilige Splitlage in die um $c/2$ translatierte Teilzelle gehört, während die basiszentrierten Paare nicht aufgelöst sind. Mithin gibt es

2^{12} theoretisch denkbare Möglichkeiten für die Aufteilung der Differenzvektoren, also immer noch eine nicht nachprüfbar große Zahl.

Wir wollen zunächst den Anorthit in einer C $\bar{1}$ -Zelle mit $c = 14 \text{ \AA}$ und 26 unabhängigen Atomen beschreiben. Im reziproken Raum treten dann neben a- auch c-Reflexe auf. Da die Calciumsplitlagen in der Δ F-Fouriersynthese der gemittelten Struktur die stärksten Maxima sind, machen wir die Annahme, daß die c-Reflexe wesentlich durch sie bestimmt werden. Gibt man nun diese Kationen gesplittet in die basiszentrierte Näherung ein, so entspricht dies einer Schweratommethode bezüglich der c-Reflexe. Als Beurteilungskriterium für den Schweratomcharakter kann man den Koeffizienten (Lipson und Cochran [32])

$$\frac{\sum_{\text{Schweratom}} f_i^2}{\sum_{\text{Rest}} f_i^2}$$

betrachten. Sein Wert beträgt bei $\frac{\sin \Theta}{\lambda} = 0 \text{ ca. } 0.20$, wächst jedoch mit zunehmendem Beugungswinkel an bis auf 0.49 bei $\frac{\sin \Theta}{\lambda} = 0.7$, am Rande der beobachteten Reflexe. Mit dieser Annahme brauchen wir nur die Differenzvektoren für die Kationen richtig wählen. Dies ist aber trivial, da es zwei Calciumatome gibt und daher genau nur eine Möglichkeit.

Die Verfeinerung sämtlicher Ortskoordinaten und isotroper Temperaturfaktoren, wobei alle Gerüstatome am Beginn in der gemittelten Position sitzen, konvergiert nach 9 Zyklen bei $R_w = 0.089$. Die Varianz der a-Reflexe ist mit 0.701 gegenüber dem Wert der gemittelten Struktur deutlich besser. Der entsprechende Wert für die c-Reflexe ist 0.450. Als Ergebnis läßt sich festhalten, daß alle Atome aus den Schwerpunktlagen herausgewandert sind. Eine nachfolgende Differenzfouriersynthese läßt nun auch die Aufspaltung der C-zentrierten Atompaare erkennen. Alle Kationen sind gesplittet, des weiteren drei Sauerstoffatome.

Zwei weitere Rechenläufe mit denselben Calciumpositionen, aber zwei vollkommen statistischen Aufteilungen der Differenzvektoren für die Gerüstatome konvergieren zum selben Modell. Bei den falsch sitzenden Gerüstatomen ändert sich das Vorzeichen der Splitvektoren. Dies heißt, daß die Calciumverteilung die Vorzeichen der c-Reflexe weitgehend bestimmt, zumindest für höhere Beugungsordnungen. Da für die Calciumatome nur eine mögliche Anordnung existiert, gibt es innerhalb der C $\bar{1}$ Näherung für die

26 Atome keine homometrische Alternative.

2.2.2.2. Primitive Anorthitstruktur

Nimmt man zu den a- und c- auch noch die b-Reflexe hinzu, so entspricht dies im reellen Raum der wahren primitiven Metrik. Da die d-Reflexe ein redundanter Datensatz sind, braucht man sie für die Strukturbestimmung nicht. Sie dienen am Ende der Verfeinerung lediglich als Gegentest.

Ausgehend von der verfeinerten Struktur in basiszentrierter Näherung muß jedes Atom zweifach aufgespalten werden. Hierfür existieren 2^{25} Möglichkeiten. Andererseits zeigt die ΔF -Fouriersynthese mit a- und c-Reflexen die weitaus stärksten Maxima an den Calciumsplitpositionen. Deren Anteil an der Festlegung der b-Reflexe muß relativ hoch sein, weswegen wir wieder die Schweratommethode verwenden können. Dies war nicht ohne weiteres zu erwarten, da der Anteil des Gerüsts an den b-Reflexen ebenfalls beträchtlich sein muß, wie man aus der Substitution von Aluminium und Silizium durch Gallium und Germanium weiß (Laves et. al. [30]). Sollte die Strukturbestimmung mit dieser Methode gelingen, können wir selbstverständlich die Richtigkeit der Annahme im nachhinein überprüfen.

Da nun vier Calciumsplitvektoren zur Auswahl stehen, gibt es 2 Möglichkeiten der Anordnung. Bei beiden Alternativen haben wir zunächst die Calciumlagen allein verfeinert, wobei die Gerüstatome in den gemittelten Positionen sitzen und danach auch die T-, O-Positionen freigegeben. Alle Atome sind mit einem isotropen Temperaturfaktor versehen. Das folgende Diagramm zeigt die Ergebnisse.

		Ca-Lagekoordinaten allein verfeinert T/O in gemittelter Position	
		Satz 1	Satz 2
Beginn	R_w	0.287	0.290
Ende	R_w	0.137	0.160
Varianz	V_a	0.678	0.689
	V_b	1.234	1.519
	V_c	0.407	0.422

Ca- und T/O Parameter freigegeben

	Satz 1	Satz 2
Beginn R_w	0.137	0.160
Ende R_w	0.068	0.122
Varianz V_a	0.565	0.612
V_b	0.269	1.058
V_c	0.335	0.407
V_d	0.200	

Satz 1 konvergiert bei $R_w = 0.068$, während Satz 2 zu einer falschen Lösung führt. Die Varianzanalyse am Ende der Verfeinerungen zeigt auch, daß erwartungsgemäß in beiden Modellen die Übereinstimmung der a- und c-Reflexe gut ist, aber Satz 2 liefert vollkommen falsche b-Reflexe. Diese Lösung wird nicht weiter verfolgt. Bei Satz 1 haben wir erstmals die d-Reflexe mit hinzugezogen, wodurch sich der R-Wert etwas erhöht auf 0.070. Die Varianz ist sehr klein (siehe oben), worauf später eingegangen wird.

Der nächste Schritt ist, zu prüfen, wie empfindlich die Verfeinerung auf die Startwerte der Gerüstatome reagiert. Als Ausgangspunkt nehmen wir die gesplitteten Calciumlagen von Satz 1 und Splitvektoren für die Gerüstatome, die wir aus der ΔF -Fouriersynthese mit a- und c-Reflexen kennen. Die Vorzeichen der Differenzvektoren sind statistisch verteilt. Wie nicht anders zu erwarten, beginnt die Verfeinerung bei einem hohen Wert $R_w = .501$, braucht erheblich mehr Zyklen, endet aber beim selben Parametersatz wie die erste Rechnung. Wie im Abschnitt 2.2.2.1., so zeigt sich auch hier, daß die Vorgabe der Ca-Positionen die Differenzstruktur bezüglich der b-Reflexe weitgehend bestimmt. Da zwei Calciumanordnungen in Frage kommen, wovon eine nicht brauchbar ist, gibt es nur eine Lösung für die Anorthitstruktur, zumindest mit dem Inversionszentrum in (000). Diese stimmt mit der von Kempster et.al. überein.

Bis hierher wurde wegen der röntgenografischen Ähnlichkeit nicht zwischen Aluminium und Silizium unterschieden, sondern alle T-Atome mit den Streufaktoren von Silizium gerechnet. Sämtliche Streufaktoren enthalten anomale

Korrekturterme. Zwei weitere Zyklen, nun nicht mehr mit bastardisierten Tetraederatomen, sondern Al in den großen und Si in den kleinen Tetraederlücken, verringern den R-Wert nur um 0.0004. Es sind daher aus der Verfeinerung der Lagebesetzung mit Röntgendaten keine schlüssigen Beweise für die Al/Si Verteilung zu erwarten.

Während der Verfeinerung mit isotropen Temperaturfaktoren (209 Parameter) konnte mit der vollen Kovarianzmatrix gerechnet werden, später in den anisotropen Zyklen wurde wegen Speicherplatzbeschränkung in Blöcken von jeweils 400 Parametern (von insgesamt 469) verfeinert. Nach vier Läufen mit anisotropen Temperaturfaktoren konvergiert der R_w -Wert bei 0.058. Ein Blick auf Tabelle C 9 zeigt, daß die Varianz als Funktion der Reflexstärke monoton zunimmt. Wir haben daher in zwei weiteren Zyklen die Funktion in einer sehr vereinfachten Form berücksichtigt durch

$$F^c = F (1 - x \cdot F^2 / \sin \theta) \quad F^c = \text{korrigierter berechneter Strukturfaktor}$$

mit x als Extinktionsparameter und schließlich einen R-Wert von 0.0548 erhalten. Die Glättung der Varianz ist noch nicht vollständig (Tabelle C 9), aber deutlich besser. Der Extinktionsparameter ergibt sich zu $x = 1.12 \cdot 10^{-7}$, ist aber leider physikalisch schwer interpretierbar. (Fast denselben R-Wert erhält man durch Weglassen von nur drei a-Reflexen mit der schlechtesten Übereinstimmung).

Eine anschließende ΔF -Fouriersynthese zeigt keine nennenswerten Maxima. Um die drei Kationen Ca (oio), Ca (zoo) und Ca (zio) treten schwache Peaks auf, deren maximaler Dichtwert weniger als 5 % eines Calciumpeaks ausmacht. Die Kationlagen Ca (zio) und Ca (ooo), für die Czank eine Splitting in Erwägung zog, spielen beim reinen Anorthit keine besondere Rolle mehr (abgesehen von den Temperaturfaktoren). Wenn überhaupt, dann wird die Calciumsplitting bei Raumtemperatur durch den Einbau der 2% Natrium verursacht.

Die Strukturparameter sind zusammen mit denen bei $T = 55 \text{ K}$ in Tabelle C 10.1 enthalten. Die Nomenklatur entspricht der von Megaw [36]. Die ursprünglichen Bezeichnungen der Sanidinstruktur T_1 , T_2 , C_{A1} , C_{A2} , O_B , O_C , O_D werden weiter unterteilt nach den Pseudosymmetrien. Es bedeuten: m = "mirror plane", i = $C/2$ -Zentrierung und iz die Kombination aus beiden, eine Basiszentrierung. Die Temperaturfaktoren sind als u_{ij} angegeben. Die andere häufig verwendete Form B_{ij} erhält man aus $B_{ij} = 2 \pi^2 a_i^2 a_j^2 u_{ij}^2$. Tabelle C 11 gibt die zugehörigen Bindungslängen und -winkel an, während man in C 12 einen Vergleich der gemessenen und berechneten Strukturfaktoren - getrennt nach Reflexgruppen - findet. Die Werte in C 10 (für RT) sind innerhalb der Fehlergrenzen mit denen von Wainwright et. al. identisch, während zu Czank kleine, aber offenbar signifikante Unterschiede $> 3\sigma$ auftreten (z.B. bei Ca (zio)). Das heißt, die unabhängige Strukturbestimmung mit dem Inversionszentrum in (ooo) führt zum alten Modell, nur mit besserer Übereinstimmung zwischen F_o und F_c (siehe unten).

Quelle	hier	Czank*	Wainwright	Kempster
R_w	0.055	0.069	0.06	0.111

* Bei diesem Wert sind alle $F_o < 6\sigma(F_o)$ weggelassen. Daher dürfte der zu den anderen korrespondierende Wert etwas höher liegen. (Wainwright et. al. machen keine Angaben über unterdrückte Reflexe).

2.2.2.3 Die anderen Inversionszentren

Wir haben bisher in der Herleitung der Struktur stillschweigend die Existenz eines Symmetriezentrums angenommen. Unter dieser Voraussetzung ergab sich eine einzige Lösung. Homometrische Lösungen der gemittelten Struktur und bezüglich

der großen Zahl von theoretisch denkbaren Sätzen von Differenzvektoren können ausgeschlossen werden. Das Ergebnis zeigt ebenso wie die spätere Verfeinerung mit Neutronendaten, daß die Annahme eines Symmetriezentrums zumindest eine sehr gute Näherung ist. Nun ist aber prinzipiell eine azen-trische Atomkonfiguration in Betracht zu ziehen, es sei denn, der Bindungs-charakter in der Struktur ist ausgesprochen heteropolar. Für die Calcium-atome ist dies erfüllt, andererseits legt ihr thermisches Schwingungsverhalten am ehesten den Verdacht einer azen-trischen Splitting nahe (Smyth [49]). Auch ist es bisher nicht gelungen, die Überstruktur des Labra-dorits mit zentrischen Domänen zu erklären. Zur Zeit wird in Erwägung ge-zogen, das Satellitenbild unter der Annahme zweier azen-trischer Domänen zu deuten, deren gemittelte Struktur aber zentriert ist.

Die Frage eines azen-trischen Anorthits liegt am Rande, oder gar jenseits dessen, was die Strukturanalyse im Moment zu leisten vermag. Aus zwei Gründen:

1. Bei einem R-Wert von 0.037, wie er mit Neutronendaten erhalten wurde, ist aus dem Signifikanztest (Hamilton [15]) bei einer Verdoppelung der Zahl der freien Parameter eine Erniedrigung des R-Wertes etwa auf die Häl-fte zu erwarten. Nimmt man an, daß die Restfehler im Neutronensatz halb systematische und halb statistische Ursachen haben, so müßte die Meßge-naulichkeit im Mittel deutlich unter der 1% Schranke liegen. Nur dann könnten sich signifikante Unterschiede der pseudozentrischen Parameter ergeben. Die Forderung ist schwer, aber nicht unerfüllbar.
2. Die Verfeinerung einer azen-trischen Struktur aus der zentrischen Näherung ist, wenn man linearisierte Strukturaktoren verwendet, prinzipiell unmög-lich, ebenso wie sich die primitive Anorthitstruktur nicht per automatischer Verfeinerung aus der gemittelten ergibt.

Die Ortsvektoren pseudozentrierter Atompaare sind $\underline{r}_1 = \langle \underline{r} \rangle + \Delta \underline{r}$ und $\underline{r}_2 = -\langle \underline{r} \rangle + \Delta \underline{r}$. In erster Näherung lautet der Strukturfaktor (in Analogie zu Abschnitt 1.5.3).

$$F = 2 \sum_v f_v \cos 2\pi \underline{h} \cdot \langle \underline{r} \rangle (1 + 2\pi i \underline{h} \cdot \underline{\Delta r})$$

wobei die Summation über $\frac{1}{2}$ Atome zu erstrecken ist. Die zu verfeinernde Größe lautet

$$M = \sum w (F_o - F_c)^2$$

also ist

$$\frac{\partial M}{\partial \Delta x_i} = 2 \sum w (F_o - F_c) \cdot \frac{\partial F_c}{\partial \Delta x_i} = 0$$

Jeweils zwei Zeilen für die pseudozentrischen Atompaare sind in diesem Gleichungssystem linear abhängig, wenn die F_c 's um den Punkt $\langle \underline{r} \rangle$ entwickelt werden. Sie unterscheiden sich nur durch das Vorzeichen (wegen $\frac{\partial F_c}{\partial \Delta x_1} = - \frac{\partial F_c}{\partial \Delta x_2}$). Mithin ist die Matrix singulär. Erst in quadratischer Näherung ließe sich das Gleichungssystem, allerdings mit immensem Rechenaufwand, lösen. Ein weiterer Weg aus der Schwierigkeit wäre, azentrische Startwerte vorzugeben, z.B. für die Calciumatome. Hierfür gibt es $2^{8/2 - 1} = 8$ Möglichkeiten, mit der zusätzlichen Schwierigkeit, daß im Gegensatz zu früher für die Größe der Splitvektoren nur Anhaltspunkte aus den thermischen Schwingungsellipsoiden existieren.

Die Möglichkeit einer azentrischen Beschreibung des Anorthits bleibt daher offen. In jedem Fall wären die Korrekturen gegenüber dem bisherigen Modell sehr klein. Eine weitere Frage bleibt zu klären, welches der vier, nach den direkten Methoden gleich wahrscheinlichen Symmetriezentren, der Anorthit einnimmt. Neben der gefundenen Lösung mit $\bar{1}$ in (ooo) bleibt als weitere Alternative das Symmetriezentrum in $(00\frac{1}{4})$. Aber auch die weiteren in $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} 0)$ und $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} \frac{1}{4})$ werden geprüft, obwohl sie kristallchemisch unwahrscheinlich sind. Sie würden die Loewensteinregel durchbrechen.

Der methodische Weg ist folgender: Die basiszentrierte Beschreibung der Struktur enthält die beiden Inversionszentren (ooo) und $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} 0)$. Sie werden erst durch Hinzunahme der b-Reflexe unterscheidbar. Wie früher haben wir mit $\bar{1}$ in $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} 0)$ die zwei möglichen Calciumanordnungen durchgerechnet. Die R-Werte sind, wie die folgende Übersicht zeigt, nicht allzu schlecht, aber doch deutlich größer als der vergleichbare des richtigen Modells. Die beiden anderen Inversionszentren unterscheiden sich von $\bar{1}$ in (ooo) bereits durch die c-Reflexe, sind aber untereinander bezüglich der a- und c-Reflexe gleich. Die basiszentrierte Verfeinerung mit dem einen möglichen Calciumsplitsatz gibt für die c-Reflexe keine Übereinstimmung, weswegen beide Inversionszentren entfallen. Die folgende Tabelle zeigt die Entwicklung der R-Werte während der Strukturanalyse des Anorthits, die geprägt war von drei Kriterien:

1. Bestimmung der gemittelten Struktur auf unabhängigem Weg
2. Aufsuchen aller homometrischen Sätze von Splitvektoren
3. Auffinden des richtigen Inversionszentrums

1. Direkte Methoden:		gemittelte Struktur			
Verfeinerung:		Inversionszentrum in			
		(000)	$(\frac{1}{4} \frac{1}{4} 0)$	$(00\frac{1}{4})$	$(\frac{1}{4} \frac{1}{4} \frac{1}{4})$
2. 13 Atome					
a-Reflexe		0.101			
3. 26 Atome					
a, c "		0.089		0.288	
		Satz 1	Satz 2	Satz 1	Satz 2
4. 52 Atome a,b,c "					
Ca verfeinert, T/O					
basiszentriert,	0.137	0.160	0.152	0.160	
festgehalten					
5. alle Atome	0.068	0.122	0.133	0.137	
6. alle Atome	0.058				
anisotrop					
7. Extinktion	0.055				
verfeinert					

Satz 1 und 2 bezieht sich jeweils auf die zwei möglichen Calciumkonfigurationen in der primitiven Struktur. Nach jeder Verfeinerung wurden Differenz-fouriersynthesen gerechnet, deren wesentliches Charakteristikum bei allen falschen Lösungen gleich ist. Die Calciumlagen sind gesplittet, wobei die Lagebesetzungen stark unterschieden sein müßten. Tabelle C 9.3 zeigt zum Vergleich mit dem wahren die Varianzanalyse des nächstbesseren Modells.

2.2.3. Verfeinerung der Struktur bei T=55K

Zwei Fragen soll der Neutronendatensatz bei tiefer Temperatur beantworten. Gibt es eine schwache Fehlordnung auf den Tetraederplätzen? Was geschieht mit den Calciumatomen? Bleibt die "Anomalie" der Temperaturfaktoren bestehen? Gibt es Splitlagen? Alle Fragen erfordern eine sehr hohe Auflösung, die aus Meßzeitgründen nicht in dem gewünschten Maß erreicht wurde.

Der Datensatz besteht aus 1807 unabhängigen Reflexen, für anisotrope Verfeinerungen auf jeden Fall zu wenig. Andererseits ist zu erwarten, daß die Temperaturfaktoren klein werden, so daß die isotrope Näherung ausreicht. Für die Streulängen haben wir die Werte Ca:0.49, Al:0.345, Si:0.415 O:0.575 ohne $\sin\theta$ - Abhängigkeit verwendet.

Startwerte für die Verfeinerung sind die Atomparameter des Modells aus Abschnitt 2.2.2.2. mit isotropen Temperaturfaktoren ($R_w=0.068$). Nach fünf Zyklen konvergiert die Rechnung bei $R_w=0.037$. Sämtliche Atomparameter sind in den jeweils unteren Zeilen der Tabelle C10.1 aufgelistet. Zum

Vergleich findet man hier auch isotrope Temperaturfaktoren der RT-Messung. Eine Extinktionskorrektur, wie sie bei dem großen Kristallindividuum angebracht schien, verringert den R-Wert, im Gegensatz zur Röntgenmessung, nur um 0.0002. Wir haben sie daher weggelassen, allzumal die Varianzanalyse (Tabelle C 9.4.) auch erheblich glatter ist.

Die Temperaturfaktoren gehen deutlich zurück, vier von ihnen sind negativ (drei T- ein O-Atom), jedoch liegt der Wert Null innerhalb der 2 σ -Grenze. Von allen 52 Temperaturfaktoren sind 19 größer als 3 σ (darunter die Kationen), während es beim Röntgendatensatz alle waren.

Der Vergleich der beiden Parametersätze zeigt auffallende Unterschiede in der thermischen Bewegung. Bei Raumtemperatur sind die Temperaturfaktoren der Kationen stark unterschiedlich, bei Tieftemperatur aber die der T- und O-Atome. Wenden wir uns der letzten Erscheinung zu, sie könnte ein Indiz für Fehlordnung auf den Tetraederplätzen sein. Wesentlich in diesem Zusammenhang ist nicht, ob ein Temperaturfaktor negativ ist, oder vielleicht innerhalb der Schwankungsbreite den Wert Null hat, wesentlich sind nur die großen Unterschiede. Insbesondere ist gegen einen Wert nahe bei Null oder im schwach negativen Bereich nichts einzuwenden, unplausibel erscheint es aber, daß zwei T-Atome (T_{2mzo} und T_{10oi}) heftiger schwingen als bei Raumtemperatur. Nun weiß man, daß ein großer Temperaturfaktor das Streuvermögen dämpft, ebenso wie es in anderer funktionaler Form die Lagebesetzung tut. Der erste Einfluß wächst mit steigendem Glanzwinkel, der andere fällt. In einem mittleren $\sin \theta/\lambda$ -Bereich benehmen sich beide aber sehr ähnlich. Das heißt, die großen Temperaturschwingungen könnten, das sei die Hypothese, durch Variation des Chemismus auf den Tetraederplätzen entstehen.

Die Verfeinerung der Lagebesetzung K von Aluminium und Silizium konvergiert bei $R_w = 0.0368$ mit den in der Tabelle C 10.2 angegebenen Werten (die Temperaturfaktoren u_k und u mit und ohne variablem K sind zum Vergleich ebenfalls angegeben). Die Standardabweichungen von K sind wegen der starken Korrelation (ca. 0.86) zur thermischen Bewegung so groß, daß nur in fünf Fällen Chemismusunterschiede außerhalb der 1 σ -Grenze auftreten. Da die Streulänge von Al kleiner als von Si ist, müßte man bei Fehlordnung eine Vergrößerung der K-Werte bei Aluminium und eine Verkleinerung bei Silizium

erwarten. Von den fünf großen "Abweichungen" benehmen sich aber vier gerade umgekehrt. Die einzige in der Tendenz sinnvolle Änderung findet sich bei einem Si-Atom (T_{2000}). Der K-Wert von 0.9245 entspricht einer Streulänge von .384 barn, das sind vollkommen unrealistische Werte von etwa 56% Si und 44% Al. Wir müssen also die oben aufgestellte Hypothese fallenlassen. Ein weiteres starkes Indiz hierfür ist auch, daß die Temperaturfaktoren keineswegs gleichmäßig werden. Anstatt drei gibt es nun fünf negative u's, außerdem steigen einige mit unrealistisch hohen Werten noch weiter an.

Welche Genauigkeit für die Lagefehlordnung kann man mit Neutronen erwarten? Der mittlere Fehler für Si $\sigma(K) \sim 0.04$ entspricht einer Zumischung von ca. 25% Al. Eine solche Konzentration ist mit 65% Wahrscheinlichkeit nachweisbar. Wollte man die Nachweisgrenze erheblich herabdrücken auf, für uns interessante 5% Al, so müßte $\sigma(K) \sim 0.01$ sein. Meine persönliche Meinung ist, daß dies mit Neutronen im Prinzip möglich ist, aber nur, indem man sehr viel mehr Meßdaten bei größeren Glanzwinkeln mißt (vermutlich reicht die Kugel mit $\lambda = 1.44 \text{ \AA}$ nicht aus).

Als Ergänzung sei noch gesagt, daß die Empfindlichkeit des Neutronendatensatzes bei weitem ausreicht (statistische Sicherheit $> 99\%$), um ja/nein Aussagen zwischen Al und Si zu treffen. So macht die Verfeinerung von K, wenn Al auf Si-Plätzen sitzt und umgekehrt, die Vertauschung wieder rückgängig.

Das Ergebnis der Neutronenverfeinerung ist also: die Al/Si-Verteilung ist mit absoluter Sicherheit bestätigt worden. Eine Fehlordnung ist innerhalb der Fehlergrenzen nicht nachweisbar. Mehr noch, da die Summe aller Lagebesetzungszahlen sehr genau den Wert 8 liefert (Tabelle C 10.2), ist sie sehr unwahrscheinlich. Die weitere Diskussion, insbesondere welche strukturellen Änderungen bei der Tieftemperatur auftreten, folgen im Kapitel 3.

2.2.4 Anomalstreuung

Es war daran gedacht, den Effekt der Anomalstreuung für die Phasenbestimmung (Caticha-Ellis [3,7]) einiger schwacher Strukturfaktoren, z.B. aus der Gruppe der d-Reflexe auszunutzen, um Licht in die Variation der Subzellen des Anorthits zu bringen. Hierfür nutzt man den wellenlängenabhängigen Unterschied des imaginären Korrekturterms zum Atomformfaktor aus. Bei Calcium ist die Änderung deutlich, wenn man statt Molybdän Kupfer als Strahlungsquelle verwendet ($\Delta f \sim 1$). Da f'' vom Glanzwinkel unabhängig ist, spielt sein Einfluß bei einatomigen Strukturen erst mit zunehmenden Beugungsordnungen eine Rolle. Bei mehreren Atomsorten können sich die Realteile zufällig fast oder ganz auslöschen, so daß nur die Unterschiede der Anomalterme übrigbleiben. Bei komplizierten Strukturen wie dem Anorthit ist nicht einfach zu überblicken, wie häufig dies geschieht. Wir haben daher aus dem verfeinerten Anorthitmodell Strukturfaktoren für Molybdän- und Kupferwellenlänge berechnet. Dabei stellt sich heraus, daß deutliche Unterschiede nur bei wenigen schwachen Reflexen auftreten, in Übereinstimmung mit den Meßwerten. Wir haben daher die Kupfermessung nicht weiter ausgewertet.

2.2.5 Analyse der d-Reflexe

Wir erinnern an Abschnitt 1.5.3.. Zwei Sätze von d-Reflexen, von verschiedenen Autoren gemessen, geben beim Vergleich einen R-Wert von 0.8. Eine solch schlechte Übereinstimmung bedeutet, daß einer oder beide Datensätze statistischen Charakter haben, mithin der Beitrag der d-Reflexe, sofern es sie überhaupt gibt, zur Aufklärung der Feinstruktur des Anorthits sehr zweifelhaft ist.

Wir haben daher durch Erhöhen der Meßzeit und (bei der Neutronenmessung) durch Vermeiden von Umwegreflexionen versucht, diese Reflexgruppe genau zu messen. Alle Messungen, inklusive langbelichteter NOROMOSIC-Aufnahmen ("ion rotating monochromatic single crystal" - von Jagodzinski entwickelt [20] .) bestätigen die Existenz zweifelsfrei. Die R-Werte der d-Reflexe am Ende der Verfeinerungen haben folgende Werte:

	Mo	Rw
d-Reflexe		.149
	Neutron	.175

Sie sind höher als die entsprechenden Werte mit allen Reflexen (Erörterung hierzu im nächsten Abschnitt) aber im wesentlichen beschreiben sie die Feinstruktur richtig. Um diese Aussage zu erhärten und um das Attribut "im wesentlichen" zu verschärfen, haben wir zunächst für 377 Reflexe, deren Intensität zu 0 gemessen wurde (siehe Tabelle C 3) und die in allen Strukturrechnungen fehlen, auch in den R-Werten, die Strukturfaktoren berechnet. Sie sind allesamt klein. Daß zufällige Auslöschungen für eine Strukturanalyse ebenso relevant sind wie starke Reflexe, bedarf keiner näheren Erklärung. Weiterhin haben wir die (hkl), deren F_0 auf einer absoluten Skala größer als 20 ist, das sind 96 Reflexe, aussortiert und mit den getrennten Beiträgen der einzelnen Atomsorten Ca, Al/Si und C in der Tabelle C 14 aufgeführt. Man sieht, in der Regel macht nur das Zusammenwirken aller einen starken d-Reflex, häufig dominiert Calcium, doch auch Gerüstatombeiträge können beträchtlich sein. Frappierend ist die gute Übereinstimmung. Der ungewichtete R-Wert in dieser Liste beträgt 0.046! Er ist damit besser als der ungewichtete R-Wert aller a-Reflexe (0.062).

Wir behaupten daher: nicht nur die gemittelte Struktur des Anorthits steht außer Zweifel, auch die Feinstruktur ist mit sehr hoher Auflösung bestimmt und zwar bezüglich aller Atomsorten.

2.2.6 Varianzanalyse

In diesem Abschnitt soll versucht werden herauszufinden, ob einzelne Reflexklassen noch deutliche Abweichungen aufweisen. Wir geben zunächst die R-Werte für die a-, b-, c- und d-Reflexe getrennt an

	a	b	c	d	alle
Mo	0.0516	0.0828	0.0559	0.1492	0.0549
Neut	0.0288	0.0473	0.0638	0.1750	0.0370

Man wäre zunächst versucht zu sagen, bezüglich der d-Reflexe stimme die Struktur noch nicht ganz genau. Wir denken uns nun eine theoretische Struktur und rechnen Strukturfaktoren F und Fehler $\sigma(F)$ aus unter der Annahme, die Meßzeit pro Reflex sei etwa gleich lang. Die Struktur sei so, daß es eine Klasse starker und eine Klasse schwacher Reflexe gebe. Dies findet bei jeder nicht allzu einfachen Struktur statt. Man braucht nur die hundert stärksten bzw. schwächsten

Intensitäten herauszufiltern. In den Reflexklassen bilden wir Mittelwerte

$$\text{Klasse 1:} \quad \langle F_1 \rangle \quad \langle \sigma(F) \rangle$$

$$\text{Klasse 2:} \quad \langle F_2 \rangle \quad \langle \sigma(F) \rangle$$

und R-Werte

$$R = \left(\frac{\sum (F_o - F_c)^2}{\sum F_c^2} \right)^{1/2}$$

Sofern die Summenglieder nicht allzu verschieden sind, gilt in guter Näherung

$$R \sim \frac{\langle \sigma(F) \rangle}{\langle F \rangle}$$

und für das Verhältnis der beiden R-Werte erhalten wir

$$\frac{R_1}{R_2} \sim \frac{\langle F_2 \rangle}{\langle F_1 \rangle}$$

Näherungsweise verhalten sich also die R-Werte umgekehrt wie die mittleren Reflexstärken. So betrachtet erscheinen die 15 % der d-Reflexe sofort in einem anderen Licht, denn ihr Mittelwert ist etwa um den Faktor 3 kleiner als der der a-Reflexe. Der Sachverhalt läßt sich so beschreiben: die schwache Gruppe beschreibt dieselbe Struktur, nur mit geringerer statistischer Sicherheit.

Anstelle der R-Werte ist bei einer Struktur wie dem Anorthit mit sehr unterschiedlichen Intensitätsgruppen ein von den Reflexstärken unabhängiges Beurteilungskriterium vorzuziehen. Wir haben daher die Wurzel aus der Standardabweichung einer "Observation mit dem Gewicht 1" als Funktion der Indizes h, k, l, in Abhängigkeit von den Reflexstärken, von $\sin \theta$ und für die Paritätsgruppen berechnet

$$V = \left(\frac{\sum w(F_o - F_c)^2}{(M - N_p)} \right)^{1/2}$$

M = Zahl der Beobachtungen

N_p = Zahl der verfeinerten Parameter

wobei sich die Summation über alle Beiträge einer Parametergruppe erstreckt. Sofern das Gewichtsschema richtig ist, sollte V keine Trends mehr aufweisen. Umgekehrt, ist V nicht konstant, dann liegen in der betrachteten Gruppe systematische Meßfehler vor, bzw. das Modell ist noch nicht richtig.

In den Tabellen C 9.1.-4. sind die Varianzen mit loco multipliziert. N ist

die Zahl der Beiträge pro Gruppe. Betrachten wir zunächst die Varianzanalyse des falschen Modells mit dem Inversionszentrum in $(000)^2$. Nach dem Ende der Verfeinerung ($R_w = 0.126$) sind, wie schon im Abschnitt 2.2.2.2 besprochen, vor allem die Paritätsgruppen (ugu) und (guu) falsch. In diesem Fall spiegeln die Varianzen eindeutig den Modellfehler wieder.

Mit systematischen Meßfehlern hat man es wahrscheinlich in der viel besseren Varianzanalyse C 9.2. des richtigen Modells zu tun. Abgesehen von der Neutronenmessung nimmt V als Funktion der Reflexstärke zu, in abgeschwächtem Maß auch nach der Extinktionskorrektur. Der interessanteste Aspekt erhellt aus der Varianz der Paritätsgruppen. Nicht die d-, sondern die a-Reflexe sind im statistischen Sinn am schlechtesten gemessen.

	a	b	c	d
N	1875	1690	1770	1565
V	.490	.192	.276	.138

Dies deckt sich im übrigen mit dem Resultat von Abschnitt 2.2.5. Das Ergebnis hieraus ist: nicht Modellfehler, sondern systematische Meßfehler als Folge einer nicht vollständig berücksichtigten Extinktionskorrektur begrenzen letztlich die Strukturverfeinerung des Anorthits.

Etwas überraschend ist die Varianzanalyse für die Neutronenmessung. Trotz des großen Kristallindividuums spielt die Extinktion keine nachweisbare Rolle. Die Werte von V sind insgesamt homogener. Auffallend ist auch, daß nicht mehr die d-, sondern die b-Reflexe am besten sind. Der Grund dürfte darin zu suchen sein, daß zwar bei den Neutronen die Meßzeit für b-, c- und d-Reflexe höher, aber aus technischen Gründen in jeder Gruppe konstant war. Bei den Röntgendaten wiederum wurde die Meßzeit in viel weiteren Grenzen variiert, um den statistischen Fehler in etwa konstant zu halten..

2.2.7 Fehlordnung

Langbelichtete NORMOSIC-Aufnahmen zeigen keine diffusen Erscheinungen. Die von Penzkofer [42] im Bereich von An_{50} bis An_{98} nachgewiesenen, charakteristischen Begleitreflexe um (004) und (040) sind bei dem hier untersuchten Individuum verschwunden, sie zeigten sich aber schwach bei einem anderen Kristall vom Val Pasmada. Der Effekt, dessen Deutung noch aussteht, spielt offenbar bei rei-

nem Anorthit noch eine gewisse Rolle. Abgesehen hiervon ist röntgenographisch kaum Fehlordnung nachweisbar. Aus elektronenmikroskopischen Dunkelfeldaufnahmen von H.C. Laren et. al. [35] im Licht von b-, c- und d-Reflexen an reinem synthetischen Anorthit weiß man, daß zumindest die c-Domänen eine Rolle spielen. Diese wurden auch an natürlichem An_{98} bzw. An_{100} von Heuer et. al. [19] und Müller et. al. [40] nachgewiesen. Die Antiphasendomänen mit Translationsvektor $\frac{1}{2} [111]$ haben eine Ausdehnung in der Größenordnung von $1\mu m$. Daher wird verständlich, warum die c-Reflexe röntgenographisch scharf aussehen.

Eine Reihe von Hochtemperatur-NOROMOSIC-Aufnahmen am reinen natürlichen Anorthit (Adhart [17]) zeigt eklatante Unterschiede zu den Ergebnissen von Czank [8] an 98%-igem Anorthit. Dort werden die c-Reflexe sehr bald diffus, während sie hier bis herauf zu $250^{\circ}C$ (!) nahezu scharf bleiben, nur die thermisch diffuse Streuung um den Braggpunkt nimmt naturgemäß zu. Dies bedeutet wahrscheinlich, daß die primitive Calciumanordnung im innenzentrierten Gerüst von den 2% Natrium verursacht wird und im Prinzip mit der Struktur des reinen Endglieds nichts zu tun hat. Hier sind die weiteren Ergebnisse unserer Untersuchungen abzuwarten. Als wahrscheinlich kann aber jetzt schon gelten, daß die Domänen bis zum Phasenübergangspunkt sehr viel größer als bei An_{98} sind. Der Phasenübergang dürfte damit eher von den Temperaturschwingungen der Ca-Atome (speziell Ca_{000} und Ca_{z10}), als von Platzwechseln gesteuert sein.

Vergleicht man die Struktur zwischen An_{98} (Czank [8]) mit An_{100} (Tab.C 10.3) dann zeigt sich überraschenderweise, daß zwar die Atome Ca_{z10} und Ca_{Dmzi} , etwa so wie beim Übergang zwischen Raum- und Tieftemperatur sich stark ändern, daneben aber vor allem die fünf um das Kation Ca (010) koordinierten Sauerstoffatome, ohne daß sich das Zentralatom selbst verschiebt. Hierfür haben wir bisher keine Erklärung, es könnte aber sein, daß der Natriumeinbau vorwiegend in dieser Kationlage erfolgt. Da andererseits die Umgebung des nächsten innenzentrierten Calciumatoms $Ca(200)$ sich so gut wie nicht ändert, würde dies bedeuten, daß der Einbau von Natrium die C-zentrierte Pseudosymmetrie empfindlich stört. Zum selben Ergebnis kam Smyth an einem An_{94} (persönliche Mitteilung). Allerdings mußte er, um vernünftige Lagebesetzungen zu erhalten, Fehlstellen für die Großkationen einbauen.

Kapitel 3

Strukturelle Unterschiede zwischen Raum- und Tieftemperatur

Aus den verfeinerten Modellen bei Raum- und bei Tieftemperatur sind die Abstände und Winkel der Struktur (Tabellen C 11) berechnet worden. Bei den Neutronendaten trat ein Problem auf, insofern als die tatsächlich gemessene Gittermetrik zu große Werte, insbesondere für b lieferte. Um dies zu prüfen, wurde der Beugungswinkel des starken Reflexes (040) auf einem Pulverdiffraktometer bis fast zu Stickstofftemperatur verfolgt und keine meßbare Änderung festgestellt. Dies berechtigt uns, den Abständen und Winkeln die Metrik bei Raumtemperatur und nicht die mit dem Neutronendiffraktometer zu groß gemessene, zugrunde zu legen. In die Berechnung der Standardabweichungen geht die volle Kovarianzmatrix ein, jedoch keine Fehler der Gitterkonstanten. Jede Doppelzeile in den Abstands- und Winkeltabellen enthält oben den Wert für RT und darunter den zugehörigen bei $T = 55\text{ K}$.

Im folgenden wird eine Übersicht über die markanten strukturellen Unterschiede bei den beiden Temperaturen gegeben.

3.1 Lageparameter und Temperaturfaktor

Einige Parameterverschiebungen sind beachtlich. Unter den Kationen wird vor allem Ca_{z10} , das Atom mit dem bei RT größten Temperaturfaktor verschoben. Unter den Aluminiumatomen wandern einige T_1 und T_2 -Plätze, während alle Siliziumatome ihre Position weitgehend beibehalten. Große Änderungen treten auch bei den Sauerstoffatomen auf, hier besonders bei O_{Bmzi} und O_{Dmzi} . Das erstere ist ein nicht zu den Kationen koordiniertes Atom mit einem sehr gestreckten T-O-T Winkel.

Strukturell interessanter ist aber das Verhalten der Temperaturfaktoren. Bei RT schwingen die beiden basiszentrierten Kationen Ca_{000} und Ca_{z10} erheblich mehr als die beiden anderen. Bei Tieftemperatur sind die Unterschiede aber so gut wie verschwunden. Dieser Befund, ebenso wie die Hochtemperaturuntersuchungen (Abschnitt 2.2.7) legen sehr die Vermutung nahe, der Phasenübergang bei ca. 255°C sei im wesentlichen an das Phononenspektrum gekoppelt. Die Temperaturfaktoren der T-Atome klaffen bei $T = 55\text{ K}$ erheblich weiter auseinander, ein Effekt der mit einer vermuteten Desetzungsfehlordnung aber nichts zu tun hat. Meine Vermutung ist, daß als

Ursache im wesentlichen die restlichen Meßfehler, bzw. das zu kleine Auflösungsvermögen im reziproken Raum in Frage kommen. In diesem Zusammenhang zu beachten ist die Tatsache, daß Neutronen- und Röntgenstreuexperimente in der Regel auf einzelne Parameter verschieden empfindlich reagieren (Hamilton [16]). In unserem Fall ist es sehr deutlich. Die Sauerstoffparameter haben aus der Neutronenverfeinerung die geringsten Standardabweichungen, weil ihre Streulänge am größten ist. Umgekehrt sind die Fehler von Aluminium (kleinste Streulänge) am größten. Das Temperaturverhalten der Sauerstoffatome ist erheblich homogener, auch in dem Sinne, daß in der Regel die stärksten Schwingungsamplituden von RT an denselben Positionen auftreten. Im Mittel nehmen die Temperaturfaktoren der O-Atome am deutlichsten ab.

		Ca	T	O
RT	$\langle u \rangle$	0.0119	0.0062	0.0106
T= 55K	$\langle U \rangle$	0.0069	0.0029	0.0035

3.2 Abstände und Winkel

Die charakteristischen Unterschiede beim Übergang zur Tieftemperatur sind:

1. Die Koordinationsabstände zu Ca_{O10} und Ca_{Z00} ändern sich fast nicht. Die beiden anderen Kationen mit der bei RT großen Schwingungsamplitude binden die Sauerstoffe nun stärker. Im wesentlichen verkürzen sich die Abstände zwischen Ca_{O00} und O_{Dm000} , bzw. Ca_{Z10} und O_{DmZ10} , im zweiten Fall sogar sehr drastisch. Nun liegt die längste Hauptachse des thermischen Schwingungsellipsoids fast genau in der Richtung $\text{O}_{\text{DmZ10}} - \text{Ca}_{\text{Z10}} - \text{O}_{\text{BmZ10}}$. Dabei T=55K geringere Auslenkung des Kations in dieser Richtung verkleinert den Abstand zu O_{DmZ10} . Die beiden Atome binden sich stärker aneinander, wie man auch an den Lageparametern ablesen kann: sie laufen aufeinander zu. Nun könnte man vermuten, daß die Bindung zu O_{BmZ10} ebenfalls stärker wird. Das Gegenteil ist der Fall. Offenbar sind die Valenzbindungen des Kations abgesättigt, so daß der Abstand zum ersten nicht koordinierten Sauerstoffatom größer wird.
2. Die mittleren T - O Abstände in den Siliziumtetraedern sind bei der Tieftemperatur allesamt größer, während sie sich bei Aluminiumtetraedern nicht ändern. Offenbar nimmt die Bindungsstärke in den Si-Tetraedern nicht im selben Maß zu, wie die von Calcium und offenbar auch Aluminium. In die ähnliche Richtung läuft die Beobachtung von Czank, wonach die Mittelwerte der Si - O Abstände bei 240°C kleiner als bei RT sind. Bei 1430°C sind sie dann infolge der viel größeren thermischen Bewegung wieder angewachsen.

3. Die Winkel sowohl in den Tetraedern als auch zwischen ihnen erfahren keine großen Änderungen. Markant ist einzig, daß der enorm hohe Winkel ($\tau_{1mzi} - \tau_{Dmzi} - \tau_{2mzi}$) weiter gestreckt wird. Dies hängt eindeutig mit dem Temperaturverhalten des Calciumatoms Ca_{zio} zusammen. Wie oben erwähnt, nimmt die Bindung zwischen Ca_{zio} und C_{Dmzio} in dem Maße ab, wie sie zwischen dem Kation und C_{Dmzio} wächst. Dadurch werden kleine Tetraederrotationen möglich und in der Folge eine weitere Streckung dieses (T-C-T)-Winkels.

Zusammenfassend zu diesem Kapitel kann man sagen, daß die wesentlichen Änderungen der Struktur beim Übergang von Raum- zu Tieftemperatur an das thermische Verhalten der beiden Kationen mit den bei RT größten Schwingungsamplituden gekoppelt sind. Weitere eingehende kristallchemische Betrachtungen sind nötig, um zu verstehen, warum z.B. die Si-O Abstände bei tiefen Temperaturen anwachsen.

ZUSAMMENFASSUNG

In der Silikatchemie spielt die Mischkristallreihe der Plagioklasse zwischen Natrium- und Calcium-reichen Feldspäten mit den beiden reinen Endgliedern Albit und Anorthit wegen ihrer weiten Verbreitung geochemisch eine große Rolle, aber auch methodisch. Die vielen Phänomene aller Arten von diffuser Streuung und von Satellitenreflexen strukturell zu deuten und letztlich davon Auskunft über die Entstehungsgeschichte der untersuchten Kristalle zu erhalten, ist seit neuerem und wird es für einige Zeit bleiben, ein arbeitsreiches Studienfeld.

Will man die Struktur der Plagioklasse verstehen, so muß vor allem die der reinen Vertreter bekannt sein. Beim einen Endglied, dem Anorthit, traten in letzter Zeit Zweifel an der Richtigkeit des bisher erhaltenen Modells auf. Die Struktur des Anorthits ist aus vier Subzellen aufgebaut, die sich nur geringfügig unterscheiden. Vernachlässigt man die Unterschiede, ergibt sich die sogenannte gemittelte Struktur. Deren ursprüngliche Bestimmung war sehr scharfsinnig, aber an eine ganze Reihe von Annahmen gekoppelt, insbesondere der Isotypie zwischen Anorthit und dem einfacheren Feldspat Sanidin. Da für dieses Modell Alternativen möglich schienen, war eine Bestimmung im Licht der neueren Analysemethoden nötig. Wir verwendeten die direkte Vorzeichenbestimmung der Strukturaktoren nach dem Verfahren der multiplen Lösungen. Sie liefern, sofern vorhanden, homometrische Strukturen.

Das Ergebnis deckt sich mit dem bisherigen Modell, ist also eine hervorragende Bestätigung der früheren Strukturanalyse von Taylor [50]. Neben dieser tritt eine topologisch gleiche Struktur auf. Sie ist aber kristallchemisch nicht anders interpretierbar. Hier handelt es sich sozusagen um eine Umkehrung der Homometrie.

Worin unterscheiden sich die Subzellen? Im Beugungsbild des Anorthits tritt eine Gruppe von Reflexen auf, die sogenannten d-Reflexe. Deren Intensität ist für die Bestimmung der Feinstruktur sehr wichtig, aber gerade sie wurden von den bisherigen Autoren mangelhaft gemessen. Also ist die Auflösung der Subzellen unterschiede vermutlich gering. Selbst wenn die Feinstruktur stimmt, bleibt die Frage, ob nicht eine von der Riesenzahl von 10^{17} anderen, theoretisch denkbaren, Aufteilungen der Differenzvektoren in die einzelnen Subzellen das Beugungsbild genau so gut, oder noch besser beschreibt. Da die direkten

Methoden mit Verlässlichkeit nur Vorzeichen für die starken Strukturfaktoren liefern, welche von der gemittelten Struktur gesteuert werden, hat man bezüglich der schwächeren Differenzreflexe keine statistisch sichere Auskunft zu erwarten. Verfeinerungen liefern ebenfalls keine Information bezüglich der Differenzstruktur, da die Vorzeichen einer Gruppe von systematisch unterdrückten Strukturfaktoren nicht bestimmbar ist.

Zum Glück sind die Subzellen des Anorthits durch Pseudosymmetrien unterschiedlicher Ausprägung verbunden. Hieraus ergibt sich die Möglichkeit, die aus der Differenzfouriersynthese der Größe nach bekannten Differenzvektoren sukzessive den richtigen Teilzellen zuzuordnen. Das Problem wäre trotzdem unlösbar, würde nicht die Gruppe der Ca-Atome die Vorzeichen der Differenzreflexe im wesentlichen steuern. Für die Zahl der möglichen Calciumkonfigurationen gibt es nur zwei Alternativen, wodurch das Problem der Feinstruktur des Anorthits schließlich per "trial and error" lösbar wird. Ein Nebenergebnis des Verfahrens ist, daß sich homometrische Alternativen ergeben müßten.

Die gemittelte Struktur des Anorthits enthält vier gleichberechtigte Sätze von Symmetriezentren. Nun ist es nicht nötig, für alle vier den mühsamen Weg einer vollständigen Strukturbestimmung zu beschreiten, da in der, nebst der gemittelten Struktur nächstbesseren Beschreibung durch eine C-zentrierte Anorthit-Zelle, zwei bereits entfallen. Die beiden verbleibenden Alternativen mit dem Inversionszentrum in (000) bzw. $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} 0)$ reduzieren sich auf erstere. Aus kristallchemischer Erfahrung war dies zu erwarten, da das andere Symmetriezentrum die "aluminum avoidance rule" durchbrechen würde. Die eine verbleibende liefert einen R-Wert von 0.055 und ist, ohne daß es homometrische Alternativen gäbe, mit der ursprünglich von Kempster et. al. [25] bestimmten Anorthitstruktur identisch. Auffallend hierbei ist, daß die hundert stärksten d-Reflexe einen noch besseren R-Wert liefern. Eine Tatsache, die mit Sicherheit für die Richtigkeit des Modells, insbesondere die Feinstruktur spricht. Statistisch nachweisbare Abweichungen zwischen beobachteten und berechneten Strukturfaktoren treten im wesentlichen nur noch bei den a-Reflexen, welche der gemittelten Struktur entsprechen, infolge einer nicht vollständigen Extinktionskorrektur auf. Eine weitere Frage war, ob die röntgenographisch nicht unterscheidbaren Atome Silizium und Aluminium die bisher angenommene strenge Alternierung entlang der Tetraederketten einhalten. Ein Neutronendatensatz mit einem R-Wert von 0.037 bestätigt dieses,

liefert aber darüber hinaus, da er bei tiefer Temperatur ($T = 55K$) aufgenommen wurde, eine neue Erkenntnis: das thermische Schwingungsverhalten der vier Calciumatome ist nahezu gleich, während bei Raumtemperatur zwei von ihnen sehr ausgeprägte anisotrope Schwingungsellipsoide aufweisen. Ihre Umgebung ändert sich beim Übergang zur Tieftemperatur am stärksten (um maximal $0.03 \text{ \AA}$), während alle anderen Strukturparameter nahezu konstant bleiben. Dies ist im Zusammenhang mit dem bei $230^\circ C$ beobachteten Phasenübergang wichtig. Aufheizversuche (noch im Gang) scheinen, da die Reflexe in etwa scharf bleiben, zu bestätigen, daß der Phasenübergang durch das thermische Verhalten der Ca-Atome und nicht durch displaziven Austausch gesteuert wird.

Die aus verschiedenen Argumenten naheliegende Frage, ob der Anorthit nicht in Wahrheit azentrisch sei, läßt sich nicht entscheiden. Man kann aber sagen, daß die zentrierte Näherung das Beugungsbild im Rahmen der derzeit üblichen hohen Meßgenauigkeit gut beschreibt.

Anhang A : Umweganregung

Eine quantitative Theorie zur Umweganregung berücksichtigt, daß nicht nur ein reziproker Gitterpunkt, sondern mehrere nahe oder auf der Ewaldkugel liegen. Beim Idealkristall baut sich ein Wellenfeld aus n kohärenten, interferenzfähigen ebenen Wellen auf. Wendet man die dynamische Theorie an, dann zeigt sich, daß das sich aufbauende selbstkonsistente Wellenfeld nicht nur von den Strukturfaktoren abhängt, sondern auch von den Randbedingungen des elektrischen Feldes, also von der Kristallform. Dies ist der Grund, warum bisher nur in Spezialfällen der Versuch gemacht wurde (Colella [6]), die Intensitäten eines Azimutscans durch Experiment und Theorie zu vergleichen.

Etwas einfacher hat man es beim Mosaikkristall. Als wesentliche geometrische Faktoren treten die Winkelverteilungsfunktion der Mosaikblöcke und die Weglänge eines Strahls im Kristall auf. Für die Zwecke hier, wo wir Umweganregung vermeiden wollen, reicht folgende qualitative Betrachtung über die Umwegintensitäten (nach einer Theorie von Zachariasen [58]). Ein Strahl P_i gewinnt zunächst auf dem Weg ∂t Intensität ∂P_i durch Beugung des Primärstrahls P_0 an der Netzebene mit dem Reflexionsvermögen ϵ_i

$$\frac{\partial P_i}{\partial t} = \epsilon_i \cdot P_0$$

Er verliert Intensität durch Absorption

$$\frac{\partial P_i}{\partial t} = -\mu \cdot P_i$$

und durch Beugung an allen auf der Ewaldkugel liegenden $n - 1$ Gitterpunkten

$$\frac{\partial P_i}{\partial t} = -\epsilon_n \cdot P_i$$

gewinnt andererseits von allen Netzebenen Intensität durch Strahlen P_j , die in Richtung P_i gestreut werden.

$$\frac{\partial P_i}{\partial t} = \epsilon_n \cdot P_j$$

Die Gesamtbilanz für einen Strahl ist daher

$$\frac{\partial P_i}{\partial t} = -\mu \cdot P_i - \sum_{j \neq i}^n \epsilon_j \cdot P_j + \sum_{k=1}^n \epsilon_k \cdot P_k$$

wobei für die Summation über k die Nebenbedingung gilt, daß

$$\underline{h}_j + \underline{h}_k = \underline{h}_i \text{ ist. (} \underline{h} = \text{ reziproke Gittervektoren).}$$

Für schwache Reflexe gilt näherungsweise

$$\frac{\partial P_i}{\partial t} \approx \sum_{k=1}^n \sigma_k \cdot P_j$$

Diese erfahren also, sofern überhaupt Umwegenregung auftritt, einen Intensitätsgewinn. Weiterhin kann man die Summation reduzieren, indem man nur die stärksten P_j berücksichtigt.

Die Berechnung der Winkelpositionen geschieht auf folgende Weise: Wir denken uns ein in geeigneter Weise fest mit dem Diffraktometer gekoppeltes kartesisches Koordinatensystem, innerhalb dessen ein reziproker Gittervektor $\underline{H} = (h, k, l)$ dargestellt wird durch die kartesischen Komponenten $(h_x, h_y, h_z) = \underline{H}^d$. Der Vektor $\underline{H}^d$ läßt sich schreiben als

$$\underline{H}^d = \underline{U} \cdot \underline{B} \cdot \underline{H}$$

$$\underline{H} = (h, k, l)$$

$\underline{B}$ = kartesische Matrix
im kristallographischen
System

$\underline{U}$ = Orientierungsmatrix

Die Matrix $\underline{U} \cdot \underline{B}$ sei bestimmt. Aus $\underline{H}^d$ lassen sich in bekannter Weise die Eulerwinkel für die symmetrische Stellung ausrechnen.

$$\psi = \arctan \left(\frac{h_x}{h_y} \right)$$

$$\chi = \arctan \left(\frac{h_z}{\sqrt{h_x^2 + h_y^2}} \right)$$

Die Drehmatrizen, die den Vektor $\underline{H}$ in symmetrische Reflexionsstellung bringen, sind dann

$$\underline{\Phi} = \begin{pmatrix} \cos \psi & \sin \psi & 0 \\ -\sin \psi & \cos \psi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

und

$$\underline{\chi} = \begin{pmatrix} \cos \chi & 0 & \sin \chi \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \chi & 0 & \cos \chi \end{pmatrix}$$

Irgend ein beliebiger reziproker Vektor $\underline{H}_i$ hat nach der Drehung von $\underline{H}$ in Reflexstellung die Position

$$\underline{H}_i^d = \underline{\chi} \cdot \underline{\Phi} \cdot \underline{U} \cdot \underline{B} \cdot \underline{H}_i$$

Damit Umweganregung auftritt, muß mit $\underline{H}_i^d$ auch $\underline{H}_i^d$ auf der Ewaldkugel liegen. Dazu drehen wir um $\underline{H}_i^d$ mit Betrag γ .

$$\underline{H}_i^y = \underline{\gamma} \cdot \underline{H}_i^x$$

Dann gilt

$$\underline{H}_i^y = \underline{s}_i - \underline{s}_0$$

Der gesuchte Winkel γ ist zu bestimmen aus der Bedingung

$$|\underline{s}_i| = |\underline{s}_0 + \underline{\gamma} \cdot \underline{H}_i^x| \quad (1)$$

Dazu wählen wir ein Koordinatensystem, welches fest mit der γ -Achse verbunden ist, so daß die x-Achse parallel zur γ -Achse steht, y in der Ebene ($\underline{H}_i^d, \underline{s}_0$) liegt und z senkrecht dazu ist. Darin hat die Drehmatrix die Form

$$\underline{\gamma} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \gamma & \sin \gamma \\ 0 & -\sin \gamma & \cos \gamma \end{pmatrix} \quad (2)$$

Die Komponenten des Vektors $\underline{s}_0$ sind

$$\underline{s}_0 = \left(-\frac{1}{\lambda} \sin \theta, -\frac{1}{\lambda} \cos \theta, 0 \right) = (s_1, s_2, 0) \quad (3)$$

Setzt man (3), (2) und den Vektor $\underline{H}_i^d = (H_1, H_2, H_3)$ in (1) ein, so folgt nach Auflösung des quadratischen Gleichungssystems

$$\cos \gamma = \frac{b(r^2 - a) \pm \sqrt{b^2(a - r^2)^2 - (b^2 + c^2)(r^4 + a^2 - 2r^2a - 4c^2)}}{2(c^2 + c^2)}$$

wobei die Abkürzungen

$$\begin{aligned} |r| &= \frac{1}{\lambda} \\ a &= (s_1 + H_1)^2 + s_2^2 + H_2^2 + H_3^2 \\ b &= s_2 H_2 \\ c &= s_2 H_3 \end{aligned} \quad \text{gelten.}$$

Wie zu erwarten, führt jeder Vektor $\underline{H}_i$ zu zwei Umwegpositionen.

Die Zahl Z der pro eingestelltem Reflex geometrisch möglichen Umwege-
eignisse ist einfach zu berechnen. Die γ -Rotation kann man sich vor-
stellen, als drehe sich die Ewaldkugel durch das ortsfeste reziproke

Gitter. Der resultierende Körper ist ein Toroid (siehe Abb.8)

Alle reziproken Gitterpunkte im Toroid, abzüglich derer im schraffierten Bereich, führen zu Umweganregung. Die Zahl Z wird damit

$$Z = 2 \cdot \frac{V}{V^*}$$

wobei V das Toroidvolumen ohne schraffierten Bereich und V^* das reziproke Gittervolumen ist. Der Faktor 2 berücksichtigt, daß jeder Gitterpunkt zweimal durch die Ewaldkugel tritt. Durch Volumenintegration folgt

$$V = 2 \pi^2 \cdot R^3 \cdot \cos \theta$$

wobei R der Radius der Ewaldkugel und θ der Beugungswinkel ist. Also gibt es

$$Z = \frac{4 \pi^2 \cos \theta}{\lambda^3 \cdot V^*}$$

Umwegereignisse. Ein Beispiel: es sei $\lambda = 1.44 \text{ \AA}$ und $\theta = 20^\circ$. Für Anorthit mit $\frac{1}{V^*} = 1337 \text{ \AA}$ ist damit

$$Z = 16598.$$

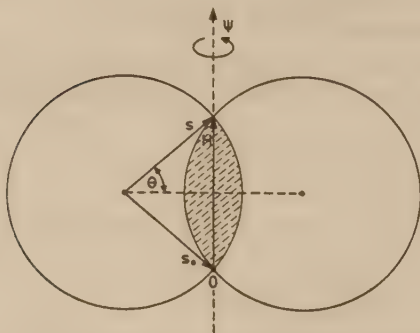


Abb. 8

Die Ewaldkugel dreht sich bei ψ -Rotation um den Vektor H . Der erzeugte Körper ist ein Toroid. Alle reziproken Gitterpunkte im Toroid, abzügl. derer im schraffierten Bereich, führen zu Umwegreflexionen.

Anhang D : Lösungsweg der direkten Methoden

1. Grundlagen

Die Vorzeichen s ($= \pm 1$) der normalisierten Strukturfaktoren E_h haben wir nach der $\sum_2$ -Beziehung von Hauptman und Karle [18] bestimmt

$$s(E_h) \sim s\left(\sum_k E_k E_{h-k}\right) =: s(\sum_2) \quad (2)$$

Die Wahrscheinlichkeit P_+ , daß Gleichung (1) erfüllt ist und E_h ein positives Vorzeichen trägt, haben Cochran und Woolfson [4] aus der gemeinsamen Verteilung $P(E_h, E_{h-h}, E_h)$ errechnet. Die E_h, E_{h-h} sind Zufallszahlen, E_h ist aber nicht mehr unabhängig. Es gilt

$$P_+(h) \sim \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \tanh \sigma_3 \sigma_2^{-3/2} |E_h| \sum_2$$

wobei

$$\sigma_2 = \sum_{j=1}^N Z_j^2$$

über alle N Atome mit den Atomnummern Z summiert wird. Die Potenzreihenentwicklung von (2) bis zum ersten Glied gibt eine Überbewertung der Wahrscheinlichkeiten für + oder - Vorzeichen, läßt aber das Verhalten leicht erkennen.

$$P_+(h) \sim \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \sigma_3 \sigma_2^{-3/2} |E_h| \sum_2$$

Hohe Indikation für richtige Vorzeichen hängt also davon ab, ob $|E_h \sum_2|$ groß ist. Die Bedingung hat erhebliche Konsequenzen für die Lösung der Anorthitstruktur, wie weiter unten diskutiert wird.

Die Normalisierung der Strukturfaktoren geschieht in zwei Schritten.. Erst werden die beobachteten Intensitäten I_o auf eine in etwa absolute Skala gebracht und bezüglich eines allgemeinen, in unserem Fall isotropen Temperaturfaktors korrigiert. Dazu berechnen wir die j -ten Mittelwerte von

$$k_j = \frac{\sum_i \epsilon_j g_2(s \ell_i)}{\sum_i I_{o,i}} \quad \epsilon = 1 \text{ für alle } (h, k, l) \text{ von } P \bar{1}$$

wobei $sl = \lambda^{-1} \sin \Theta$ ist und sich die Summation über alle Beiträge in kleinen überlappenden Bereichen von sl erstrecken.

g_2 ist definiert durch

$$g_2(sl) = \sum_{j=1}^N f_j^2(sl)$$

Die Summation erfaßt hier alle N Atome in der Einheitszelle mit dem Streuvermögen f_j . Schließlich approximieren wir die erhaltenen Punkte k_j auf der sl -Skala durch eine Kurve der Form

$$K = \exp (a + b \cdot sl^c) \quad (3)$$

wobei die Parameter nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate ermittelt werden. Aus der K -Kurve (3) (Verallgemeinerung des Wilson Plots) gewinnt man die bereinigten Intensitäten I_h durch

$$I_h = K(sl) \cdot I_o.$$

Im zweiten Schritt erhalten wir die normalisierten Strukturfaktoren E aus I_h

$$E_h = \left(\frac{I_h}{\epsilon \cdot g_2} \right)^{1/2} \quad \text{mit } \epsilon = 1 \quad (\text{für } P \bar{1})$$

In Analogie zum gewöhnlichen Strukturfaktor kann man die E 's als Fourier-transformierte einer Einheitszelle nun aber aus lauter stationären, punktförmigen Streuzentren verstehen.

Mit den normalisierten Strukturfaktoren stehen die Daten für die Auswertung der Σ_2 -Beziehung bereit. Es gibt heute im wesentlichen zwei Strategien: die Methode der symbolischen Addition von Vorzeichen und - seitdem es Großrechner gibt - die sehr viel rechenintensivere und meist effektivere Methode der multiplen Lösungen. Deren einfach programmierbarer Algorithmus benutzt, in Anlehnung an Germain, Main und Woolfson [13], das Programmsystem SHELX. Zunächst wird die Liste der E 's sortiert nach dem Kriterium, möglichst hohe Wahrscheinlichkeiten für richtige Vorzeichen zu bekommen. Genauer gesagt: gesucht sind die E_h für die der Betrag des Arguments von $\tanh$ in Gleichung (2) groß ist. In der Schreibweise von Karle und Karle [24] heißt dies: die E_h werden nach fallenden

$$\alpha_h = \left| \sum_{k'} \kappa_{hk'} \cdot s(E_{k'}) \cdot s(E_{h-k'}) \right| \quad (4)$$

geordnet, wobei

$$\kappa_{hk'} = 2 \epsilon_3 \epsilon_2^{-3/2} |E_h E_{k'} E_{h-k'}| \quad (5)$$

ist. Zu Beginn der Vorzeichenbestimmung sind die $s(E)$ nicht bekannt, andererseits ist klar, daß die Werte von α um ein Maximum streuen, bei dem κ groß und alle Vorzeichen gleich sind. Anstelle von Gleichung (4) berechnen wir Erwartungswerte $\langle \alpha^2 \rangle_E$, die sich aus der Wahrscheinlichkeitsverteilung (Germain, Main und Woolfson [12]) ergeben.

$$\langle \alpha_h^2 \rangle_E = \sum_h \kappa_{hh}^2 + 2 \sum_{h'} \sum_{h''} \kappa_{hh'} \kappa_{hh''} \cdot \frac{I_2(\kappa_{hh'}) \cdot I_2(\kappa_{hh''})}{I_0(\kappa_{hh'}) \cdot I_0(\kappa_{hh''})} \quad (6)$$

Hierin sind $I_{0,1}$ Besselfunktionen. An den Gleichungen (4) und (5) erkennt man: α_h ist dann groß, wenn $|E_h|$ groß ist und viele Verknüpfungen mit anderen Strukturfaktoren auftreten.

Im nächsten Schritt verfügen wir über die Vorzeichen von maximal drei Strukturfaktoren mit den höchsten α 's in den Paritätsgruppen 2 bis 8, wodurch der Ursprung der Elementarzelle festliegt. Nun ist in der Regel nicht zu erwarten, daß diese Reflexe in der geordneten Liste der E's ganz oben stehen. Nur für die Vertreter mit noch kleineren α 's - und nur für einen Teil - bekommen wir neue Vorzeichen. Die Sortierung der E's nach fallenden Werten von α ist noch kein ausreichendes Kriterium für eine erfolgreiche Vorzeichenbestimmung.

Wir sortieren die E's daher um. Nummer 1 und 2 an der Spitze der Liste bleiben stehen. An die nächste Stelle kommt der Reflex mit dem höchsten α , der mit den darüber stehenden keine Tripelprodukte bildet und so fort. Dieses Verfahren der Konvergenzkarte (Germain et. al. [13]) wird abgebrochen, wenn eine Maximalzahl von nicht verknüpften E mit hohem α erreicht ist, oder wenn die restlichen E (oberhalb eines Minimalwerts) alle in Tripelprodukte münden. Die Konvergenzkarte enthält also am Beginn nur E's, die untereinander nicht verbunden sind (die den Ursprung definierenden Reflexe gehören naturgemäß dazu), darauf folgen Listenelemente, die jeweils nur mit da-

rüberstehenden E's verknüpft sind. Der Sinn des Verfahrens ist, einen Weg durch die Strukturaktoren so zu legen, daß die Vorzeichen aus bereits bekannten mit höherer Wahrscheinlichkeit bestimmbar sind.

Der dritte Schritt ist, die noch unbekannten Vorzeichen an der Spitze der Liste festzulegen (maximal drei für den Ursprung sind bereits gewählt). Bei der Methode der multiplen Lösungen werden alle Vorzeichenkombinationen mit expliziten Werten von +1 oder -1 permutiert und der Weg durch die Konvergenzkarte beschriftet. Das ist zwar rechenintensiv, aber mit Sicherheit existiert die richtige Vorzeichenkombination, zumindest für die hohen α 's.

Ein Teil der Lösungen führt in einem frühen Stadium zu nicht mehr akzeptabel niedrigen Wahrscheinlichkeiten für ein neues Vorzeichen, das heißt α in Gleichung (4) sinkt unter einen Minimalwert. Der Fall tritt dann ein, wenn mehrere Tripelprodukte verschiedene Indikationen für + oder - Minuszeichen haben. Solche nicht konsistenten Lösungen werden verworfen. Ein anderer Teil der Lösungen ist aber weitgehend selbstkonsistent. (Trivialerweise gehört in $P \bar{I}$ die Kombination, bei der alle Vorzeichen + sind, dazu. Deren E-map hat ein hohes Maximum an der Stelle (000). Sieben weitere Lösungen, bei denen die Vorzeichen innerhalb der Paritätsgruppen gleich sind, führen nur zu einer Verschiebung des Peaks in die anderen Zentren von $P \bar{I}$.) Man braucht daher Entscheidungskriterien, um die wahrscheinlichsten unter den selbstkonsistenten Lösungen zu erkennen. Eine Möglichkeit wäre, die Zahl

$$\bar{Z} = \sum_h \alpha_h \quad (7)$$

zu betrachten, doch ist klar, daß gerade die trivialen Lösungen die höchsten Werte liefern. Besser ist es, die errechneten α 's auf die Erwartungswerte zu beziehen. Dies geschieht in einer von Germain et. al. [12] angegebenen Form

$$M_{\text{abs}} = \frac{\bar{Z} - \sum_h \langle \alpha_h^2 \rangle_r^{1/2}}{\sum_h \langle \alpha_h^2 \rangle_o^{1/2} - \sum_h \langle \alpha_h^2 \rangle_r^{1/2}} \quad (8)$$

Hierin sind die Erwartungswerte $\langle \alpha_h^2 \rangle_r$ bei rein zufälliger Verteilung der Vorzeichen gegeben durch

$$\langle \alpha_h^2 \rangle_c = \sum_{h'} \kappa_{hh'}^2$$

M_{abs} strebt für falsche Lösungen, bei denen die Vergabe der Vorzeichen statistischen Charakter hat, gegen Null. Die richtige Lösung liegt in der Gegend von 1.

Als weiteres Kriterium verwenden wir den Test der "negativen Quartette" (nqt). Gefragt ist, wann

$$s(E_3) = -s(E_4) \quad (8)$$

gilt, wobei die Abkürzungen $E_1 = E_h$, $E_2 = E_{h'}$, $E_3 = E_{h-h'}$, und $E_4 = E_{h+h'}$ bedeuten. Giacobazzo [14] hat die Wahrscheinlichkeit, daß (8) zutrifft, aus der gemeinsamen Verteilung $P(E_3, E_4 | E_2, E_1)$ berechnet zu

$$P \sim \frac{1}{2} - \frac{1}{2} \tanh \frac{E_3^2 E_4^{-3}}{E_1 E_2} (2E_3^2 E_1^2 - E_4^2 - E_2^2) \quad (9)$$

Daran sieht man, die Wahrscheinlichkeit ist dann hoch, wenn $|E_3|$, $|E_4|$, $|E_1|$ groß sind und $|E_2|$ klein, beziehungsweise $|E_1|$ klein und $|E_2|$ groß. Analog zur Gleichung (7) werden die Argumente von $\tanh$ in Gleichung (9) aufsummiert und daraus ein Wert nqt gebildet.

Das Wesentliche ist, daß im Gegensatz zur $\sum_2$ -Beziehung die Bedingung (8) entscheidend von den schwachen Strukturfaktoren geprägt wird. In Praxis reichen die beiden Kriterien M_{abs} und nqt selten aus, um sich für genau eine Lösung entscheiden zu können. Eine Reihe von meist sehr wenigen E-maps mit den besten Werten für M_{abs} und nqt müssen daher gerechnet werden.

2. Anwendung auf Anorthit

Die nach fallenden α 's geordnete Liste der normalisierten Struktur Faktoren weist am Beginn die starken a-Reflexe auf. Unter den ersten 463 E's ist nicht ein c-Reflex. Daß dies so ist, kann man qualitativ aus einer Betrachtung der Paritätsgruppen einsehen. In symbolischer Schreibweise sind die Reflexgruppen durch die Beziehungen

$$a \pm a = a \quad (9)$$

und

$$c \pm c = a$$

verbunden (b- und d-Reflexe außer Acht gelassen). Richtige Vorzeichenbestimmung für c-Reflexe setzt also voraus, daß es Triplets $[E_c E_c E_a]$ mit hohem Wert gibt. Dies ist nicht der Fall. Auch die Quartetts $(E_a E_a E_c E_c)$ helfen nicht weiter, da sie - z. B. aus einem starken und schwachen c-Reflex - auch nur Vorzeichen für a-Struktur Faktoren liefern. Der umgekehrte Fall ist wegen (9) nicht möglich. Daraus folgt: Vorzeichenindikationen für c-Reflexe sind, wenn es sie überhaupt gibt, unsicher.

Tabelle C 8 zeigt den Beginn des eingeschlagenen Vorzeichenweges für Anorthit. An der Spitze stehen die nicht kombinierbaren E's mit den höchsten Werten α . Der erste a-Reflex aus der Paritätsgruppe (u u g) trägt die Codenummer 4. Sein Vorzeichen wird nicht permutiert, weil es zur Festlegung des Ursprungs dient. Zwei weitere Reflexe, z. B. ein b- und ein c-Reflex wären nötig, um die Wahl eindeutig zu machen. Deren α -Werte sind jedoch zu niedrig, um sichere Vorzeichen zu liefern. Wir haben daher auf sie verzichtet, was gleichzeitig bedeutet, sich auf Aussagen aus den a-Reflexen, sprich die gemittelte Struktur, zu beschränken.

Dehnt man den Vorzeichenweg immer weiter aus, so treten mehr und mehr (hkl) auf, die nicht aus vorhergehenden kombinierbar sind. Sie müssen in die Liste der zu permutierenden Vorzeichen aufgenommen werden. Dies hat aus Speicherplatzgründen bald eine Grenze. Wir haben daher die Untergrenze für E festgesetzt auf 1.3. Darunter gibt es zwar c-Reflexe, aber wieder keine mit hohen α 's. Zwölf zu permutierende Reflexe (plus einer für den Ursprung) reichen aus, um 643 Vorzeichen aus 5952 Tripelprodukten und 164 auftretenden Quartetts zu bestimmen. Am Ende aller 4092 Permutationen bleiben 384 mehr oder weniger

selbstkonsistente "Überlebende" bestehen, eine immens hohe Zahl. Wieder ist dies ein Ausfluß der vielen Pseudosymmetrien. Zunächst: der Ursprung ist nur durch einen Reflex festgelegt. Jede Lösung tritt daher mit vier gleichwertigen Nullpunkten auf. Aber auch die Zentren in (000) , $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} 0)$, $(00 \frac{1}{4})$ und $(\frac{1}{4} \frac{1}{4} \frac{1}{4})$ produzieren identische E-maps. Die Zahl der Überlebenden reduziert sich damit auf $384 : 16 = 24$. Hierunter befinden sich 20 triviale Lösungen, deren E-maps einen hohen Zentralpeak in den vier möglichen Ursprüngen und in den 4×4 Viertelzentren haben. Bleiben vier nicht-triviale Lösungen, deren erste 13 Vorzeichen in Tabelle C 8 angegeben sind.

T A B E L L E C 2

Vergleich der gemessenen Neutronen-Strukturfaktoren von Sanidin F_S 2 mit Anorthit F_{An} . Die F_c sind berechnete Werte für Anorthit.

h k l	F_S	F_{An}	F_c
2 0 0	2	2	2
4 0 0	29	21	21
0 2 0	16	1	5
0 4 0	46	18	18
4 0 2	3	2	1
0 0 2	9	2	1
0 0 4	57	20	20
1 1 0	6	3	3
2 0 2	9	4	3
0 2 2	3	2	2
1 1 2	12	1	1
1 1 2	12	9	9
3 1 0	1	4	4
2 2 2	2	2	1
0 2 4	16	6	6
2 2 0	34	12	13
2 2 2	12	6	6
2 2 4	27	11	11
0 4 2	16	7	7
0 4 4	5	5	5

T A B E L L E C 1

Vergleich der gemessenen Röntgen Strukturfaktoren von Sanidin F_S 5 mit Albit F_{Ab} 9 und Anorthit F_{An} . F_c sind berechnete Werte für Anorthit.

h k l	F_S	F_{Ab}	F_{An}	F_c
0 0 2	24	28	15	21
0 0 4	166	198	313	339
0 2 0	37	25	35	39
0 4 0	121	163	260	253
2 0 0	41	0	30	33
4 0 0	125	126	266	285
0 2 2	15	9	10	16
0 2 2	15	0	108	100
0 2 4	69	82	177	178
0 4 2	88	21	17	17
0 4 2	88	96	225	224
2 0 2	20	10	27	26
2 0 4	60	33	54	50
2 0 2	119	145	202	203
2 0 4		169	297	349
4 0 2		37	110	112
4 0 2		72	58	144
1 1 0		20	0	0

TABELLE C3

F-Statistik der Molybdänmessung

REFLEXKLASSEN

	A		B		C		D	
	#	%	#	%	#	%	#	%
F = 0	66	3.2	254	12.5	139	7.3	377	19.4
0 < F < SIGMA(F)	49	2.4	129	6.4	72	3.8	198	10.2
SIGMA(F) < F < 2 * SIGMA(F)	40	1.9	145	7.1	91	4.7	216	11.1
2 * SIGMA(F) < F < 3 * SIGMA(F)	53	2.6	146	7.2	80	4.2	202	10.4
ALLE F	2060	25.9	2030	25.5	1917	24.1	1945	24.5
MITTELWERT < F >		476.85		130.10		225.42		76.86
MITTELWERT < I >		404524.79		26973.16		82402.15		9353.43

MITTELWERT < F > ALS FUNKTION VON SIN(THETA)/LAMBDA

	SIN(T)/LA		.07		.15		.22		.29		.37		.44		.51		.58		.66		.73	
A < F >	N	0.00	752.99	1092.58	885.45	737.92	474.74	396.35	311.08	372	358.43	491	370	370	370	370	370	370	370	370	370	370
B < F >	N	42.46	184.65	102.81	132.54	162.19	148.92	116.08	115.75	115.75	118.26	490	370	370	370	370	370	370	370	370	370	370
C < F >	N	47.20	299.16	313.68	382.42	324.43	263.50	188.09	165.11	165.11	186.02	466	367	367	367	367	367	367	367	367	367	367
D < F >	N	17.36	59.61	77.86	83.97	79.50	77.88	72.15	73.90	73.90	78.76	465	361	361	361	361	361	361	361	361	361	361
		2	17	42	76	130	281	368	465	465	465	465	465	465	465	465	465	465	465	465	465	465

T A B E L L E C 4

F-Statistik der Kupfermessung

REFLEXKLASSEN

	A	B	C	D
#	#	#	#	#
F = 0	3	99	29	190
0 < F < SIGMA(F)	2	20	5	32
SIGMA(F) < F < 2 * SIGMA(F)	5	40	11	60
2 * SIGMA(F) < F < 3 * SIGMA(F)	4	31	10	69
ALLE F	2701	2560	2687	249
			2706	251
			2689	249
MITTELWERT <F>	153.10	40.25	75.81	22.53
MITTELWERT <I>	38742.86	2520.60	8846.92	778.20

MITTELWERT <F> ALS FUNKTION VON SIN(THETA)/LAMBDA

	SIN(T)/LA	.07	.15	.22	.29	.37	.44	.51	.58	.66	.73
A <F>	0.00	191.74	284.98	243.91	265.14	190.38	135.86	119.33	106.17	0.00	0.00
N	0	38	82	174	254	402	556	712	483	0	0
B <F>	13.52	47.48	28.18	36.11	45.55	46.69	43.69	36.10	37.26	0.00	0.00
N	6	32	76	166	268	402	549	706	482	0	0
C <F>	18.91	83.34	94.38	105.99	92.59	88.12	80.30	60.05	62.93	0.00	0.00
N	4	32	88	162	258	406	554	688	514	0	0
D <F>	1.95	10.65	20.54	25.25	22.47	24.00	22.65	21.43	22.91	0.00	0.00
N	6	34	86	154	262	414	561	709	463	0	0

Die Peakhöhen sind mit dem Faktor 496.6 multipliziert
Die eingeklammerten Peaks sind mit vorherigen identisch

Y/D	Y/O	Y/B	Y/G	Y/R
1	1	1	1	1
2	2	2	2	2
3	3	3	3	3
4	4	4	4	4
5	5	5	5	5
6	6	6	6	6
7	7	7	7	7
8	8	8	8	8
9	9	9	9	9
10	10	10	10	10
11	11	11	11	11
12	12	12	12	12
13	13	13	13	13
14	14	14	14	14
15	15	15	15	15
16	16	16	16	16
17	17	17	17	17
18	18	18	18	18
19	19	19	19	19
20	20	20	20	20
21	21	21	21	21
22	22	22	22	22
23	23	23	23	23
24	24	24	24	24
25	25	25	25	25
26	26	26	26	26
27	27	27	27	27
28	28	28	28	28
29	29	29	29	29
30	30	30	30	30
31	31	31	31	31
32	32	32	32	32
33	33	33	33	33
34	34	34	34	34

TABELLE C 8

Vorzeichenweg der direkten Methoden

H K L F				SIGN RELATIONS									
1	-6	4	0	4.356	MULT+-								
2	-2	0	8	3.417	MULT+-								
3	-4	-2	4	3.315	MULT+-								
4	-7	0	2	3.747	ORTG +								
5	-3	0	6	3.489	MULT+-								
6	1	-3	8	3.304	MULT+-								
7	-6	0	4	3.826	MULT+-								
8	2	6	4	4.013	MULT+-								
9	6	0	0	3.567	MULT+-								
10	-1	-9	4	3.377	MULT+-								
11	6	4	0	3.414	MULT+-								
12	0	6	6	2.754	MULT+-								
13	-8	0	2	3.826	MULT+-								
14	4	0	4	3.413	5* 4	2* 7							
15	1	-9	2	2.818	7* 4	2* 5	6* 12						
16	8	8	0	3.455	8* 7	14* 3							
17	1	17	2	3.034	4* 16	5* 3	8* 15						
18	-6	6	10	3.454	6* 4	12* 7							
19	-9	9	10	3.242	5* 7	2* 4							
20	-11	1	6	3.141	19* 8	3* 4	5* 16						
21	-10	-8	8	2.444	7* 3	2* 16	19* 17	20* 15					
22	-3	-17	6	3.361	2* 17	3* 15	21* 4						
23	3	-17	2	3.013	22* 7	3* 4	14* 17						
24	-3	-11	12	4.096	18* 23	6* 3	12* 22						
25	-7	-11	8	3.254	24* 14	18* 17	6* 16						
26	-1	-11	4	3.075	24* 2	6* 8	25* 7	12* 17					
27	-10	-2	14	2.342	24* 4	18* 3	25* 5	6* 20	19* 26	21* 1			
28	7	-3	4	2.750	6* 7	26* 16	12* 4	24* 21					
29	3	-11	8	3.192	24* 7	14* 26	28* 3	12* 23					
30	5	-3	12	3.061	24* 16	29* 8	6* 14	2* 24					
31	-2	6	14	1.853	18* 14	24* 17	30* 4	6* 5	2* 12	19* 2			
32	-1	-3	16	3.127	24* 8	30* 7	2* 6	31* 15					
33	5	-9	6	2.309	2* 4	32* 18	8* 23	22* 16	14* 15	30* 1			
34	-4	6	2	2.700	18* 2	25* 22	12* 14	26* 23	6* 33				
35	4	14	2	3.056	6* 22	18* 21	34* 16	12* 3	28* 23				
36	-2	14	6	3.630	18* 3	7* 35	8* 34	6* 23					
37	-5	-3	12	2.808	25* 8	6* 7	36* 22	32* 14	18* 15				
38	-2	8	0	2.677	9* 14	7* 3	37* 24	6* 29	36* 12	15* 2			
39	5	5	4	2.694	36* 8	18* 20	6* 3	35* 15	28* 38	37* 2			
40	3	5	12	3.025	6* 8	32* 3	37* 14	2* 34	36* 33	30* 15			
41	9	-1	2	2.233	8* 4	40* 18	2* 20	15* 16	33* 3	32* 1			
42	-4	-2	10	1.855	29* 4	24* 15	5* 26	18* 38	12* 3	27* 1			
43	4	6	10	2.651	12* 14	29* 17	5* 28	30* 15	31* 7	42* 1			
44	-6	-8	12	1.845	5* 22	2* 3	19* 23	21* 14	32* 39	20* 1			
45	-7	-5	4	2.285	10* 1	19* 36	5* 35	2* 39	20* 34	44* 1			
46	0	-8	9	1.845	14* 3	5* 23	2* 38	30* 39	43* 35	44* 1			
47	-6	-2	18	1.830	24* 5	19* 29	30* 20	27* 14	18* 46	43* 2			
48	10	0	0	2.344	14* 7	29* 25	43* 18	16* 38	30* 37	46* 2			
49	-10	6	6	2.084	18* 14	36* 16	7* 34	25* 23	37* 33	12* 4			
50	-8	-2	6	1.485	18* 8	26* 4	12* 15	24* 33	25* 15	3* 2			
70	3	5	6	3.368	5* 1	10* 35							
71	-3	5	10	2.431	19* 1	70* 7	36* 10						

FMAP PARACHOR M(ARS)

NQT

PERMUTATION

1	3.360	.996	-.539	+	-	+	-	+	-	-	-	+	+	+
2	2.857	.843	-.465	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-
3	2.192	.889	-.184	+	+	+	-	-	-	+	+	+	+	-
4	2.086	.744	-.238	+	+	+	-	-	-	+	-	+	+	+

1. VARIANZANALYSE DER MO-MESSUNG. $\bar{\tau}$ in (ooo). OHNE EXTINKTIONSKORREKTUR. $R_w = 0.0578$

	GGG	UGG	GUG	UUG	GGU	UGU	GUU	UUU	ALL
N	937	772	793	932	894	844	846	886	6900
V	597	143	136	475	299	192	206	273	338
SIN THETA	0.00 -	.23 -	.29 -	.33 -	.37 -	.40 -	.42 -	.45 -	.46 - .48 - .50
N	711	723	637	849	758	558	952	353	706 654
V	484	306	345	322	305	391	321	260	280 298
SQRT(F/FMAX)	0.00 -	.14 -	.16 -	.18 -	.21 -	.24 -	.27 -	.30 -	.36 - .44 - 1.00
N	831	575	667	858	767	615	530	768	599 690
V	79	139	174	199	189	263	318	338	485 730

2. VARIANZANALYSE DER MO-MESSUNG. $\bar{\tau}$ in (ooo). MIT EXTINKTIONSKORREKTUR. $R_w = 0.0549$

	GGG	UGG	GUG	UUG	GGU	UGU	GUU	UUU	ALL
N	937	772	793	938	884	844	846	886	6900
V	526	140	135	454	288	185	199	264	314
SIN THETA	0.00 -	.23 -	.29 -	.33 -	.37 -	.40 -	.42 -	.45 -	.46 - .48 - .50
N	711	723	637	848	758	558	952	353	706 654
V	369	284	336	311	295	381	314	255	272 290
SQRT(F/FMAX)	0.00 -	.14 -	.16 -	.18 -	.21 -	.24 -	.27 -	.30 -	.36 - .44 - 1.00
N	831	575	667	858	767	615	530	768	599 690
V	77	136	171	194	185	254	309	325	470 641

3. VARIANZANALYSE DER MO-MESSUNG.

[illegible]

4. VARIANZANALYSE DER NEUTRONENMESSUNG. $\pm \ln(000) \cdot R_v = 0.037$

	GGG	UGG	GUG	UUG	GGU	UGU	GUU	UUU	ALL
N	323	224	219	154	1	297	292	297	1807
V	38	22	23	46	1	16	15	33	29
SIN THETA	0.00 -	.17 -	.21 -	.23 -	.26 -	.28 -	.29 -	.31 -	.33 - .34 - .35
N	202	192	148	235	207	115	211	262	120 115
V	40	28	24	24	31	26	32	23	22 27
SQRT(F/FMAX)	0.00 -	.17 -	.19 -	.22 -	.25 -	.28 -	.31 -	.36 -	.44 - .58 - 1.00
N	229	132	223	210	147	146	197	167	178 178
V	10	14	19	25	29	28	32	49	30 36

T A B E L L E C 10.1. Strukturparameter mit Standardabweichungen

obere Zeile: RT untere Zeile: T = 55 K x,y,z,u_{i,j} ist mit 10⁴ multipliziert

ATOM	X/A	Y/B	Z/C	U	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ca _{ooo}	2649 2 2624 6	9860 1 9852 5	0867 1 0874 4	130 4 076 12	095 7	238 7	137 7	-043 6	049 6	005 5
Ca _{oio}	7734 2 7733 6	5358 1 5365 5	5410 1 5403 4	108 4 079 11	091 7	128 6	110 7	001 5	028 6	047 5
Ca _{zoo}	2686 2 2668 6	0316 1 0317 5	5430 1 5411 4	082 4 065 12	092 7	124 6	096 7	008 5	030 6	045 5
Ca _{zlo}	7641 2 7628 6	5048 1 5018 5	0754 1 0793 4	156 4 055 12	077 7	256 8	185 8	-096 6	018 6	047 6
T _{20ooo}	6844 3 6827 6	1131 2 1127 8	1515 2 1495 6	055 5 022 19	072 10	070 9	078 10	008 8	029 8	008 7
T _{20oio}	1913 3 1934 6	6111 2 6100 7	6678 2 6698 6	067 6 005 20	078 10	056 9	084 10	015 7	029 8	027 7
T _{2msoo}	6805 3 6799 11	8717 2 8715 9	6723 2 6719 7	067 6 074 21	087 10	070 9	089 10	033 8	040 8	033 8
T _{2mzlo}	1859 3 1840 6	3775 2 3765 8	1820 2 1813 6	061 5 030 19	079 10	063 9	092 10	017 8	035 8	023 7
T _{10zoo}	0069 3 0090 11	1612 2 1587 6	6115 2 6127 7	064 6 040 28	070 10	076 9	083 10	023 8	037 8	018 8
T _{10zlo}	4987 3 4985 11	6658 2 6672 9	1127 2 1118 7	069 6 -001 27	083 10	072 9	079 10	015 8	027 8	019 7
T _{1moio}	9910 3 9888 6	8153 2 8166 9	1175 2 1151 6	061 6 -026 21	082 10	081 9	070 9	033 8	038 8	039 7
T _{1moio}	5082 3 5103 6	3146 2 3136 9	6214 2 6229 6	054 6 030 24	067 10	069 9	060 9	017 8	016 8	027 7

ATOM	X/A	Y/B	Z/C	U	U11	U22	U33	U23	U13	U12
T ₁₀₀₀₀	0093 3 0097 9	1591 1 1587 8	1043 2 1033 5	067 5 -034 24	079 9	074 8	073 9	019 7	029 7	017 7
T ₁₀₀₁₀	5066 3 5070 0	6560 1 6558 0	6041 2 6056 6	063 5 071 26	084 9	057 8	079 9	007 7	032 7	013 7
T ₁₀₀₂₀	0061 3 0048 8	8154 1 8144 7	6133 2 6130 5	061 5 023 17	089 9	067 8	066 8	014 7	034 7	031 7
T ₁₀₀₃₀	5048 3 5055 8	3204 1 3215 6	1101 2 1093 6	059 5 027 16	075 9	066 8	069 8	005 7	032 7	025 7
T ₂₀₀₀₀	6821 1 6822 9	1035 1 1041 7	6649 2 6652 5	055 5 039 17	073 9	062 8	082 9	021 7	036 7	022 7
T ₂₀₀₁₀	1707 3 1704 8	6068 1 6046 7	1491 2 1484 5	066 5 022 16	072 9	063 8	080 9	019 7	024 7	024 7
T ₂₀₀₂₀	6737 3 6722 8	8832 1 8823 6	1876 2 1879 5	066 5 019 16	071 9	069 8	092 9	021 7	039 7	025 7
T ₂₀₀₃₀	1763 3 1758 8	3793 1 3783 7	6735 2 6717 5	055 5 053 17	067 9	055 8	066 8	014 7	024 7	024 6
O _{A1000}	0270 7 0285 5	1239 4 1233 4	9959 4 9964 3	088 13 028 11	101 24	119 23	070 23	024 19	024 20	027 19
O _{A1010}	4869 7 4834 5	6236 4 6231 4	4869 4 4852 3	080 13 026 11	105 25	122 23	097 24	051 20	057 21	065 19
O _{A1200}	9801 7 9791 6	1252 4 1247 4	4827 4 4828 3	083 13 025 11	136 25	083 22	078 23	053 19	054 20	055 19
O _{A1210}	5184 7 5215 6	6243 4 6236 4	9970 4 9980 3	096 14 034 11	149 26	125 24	059 23	035 19	043 20	020 19
O _{A2000}	5757 7 5733 6	9910 4 9914 5	1437 4 1440 3	086 14 036 11	081 24	057 22	139 26	040 19	037 21	025 18

ATOM	X/A	Y/B	Z/C	U	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O _{A2o1o}	0732 7 0722 6	4873 4 4862 5	6352 4 6344 3	073 13 009 10	086 24	074 22	097 25	014 19	026 20	005 18
O _{A2zoo}	5724 7 5705 6	9901 4 9890 5	6374 4 6370 3	08014 033 11	073 24	065 22	125 25	043 19	031 20	029 18
O _{A2zio}	0723 7 0727 6	4919 4 4919 5	1382 4 1394 3	089 14 018 11	082 24	087 23	135 26	028 20	042 21	025 18
O _{Boooo}	8152 7 8152 5	1015 4 1006 4	0802 4 0796 3	110 14 024 11	116 23	103 22	132 21	021 17	064 18	004 17
O _{Booio}	3337 7 3337 5	5956 4 5935 4	6054 4 6074 3	090 13 029 11	121 24	090 22	114 24	-004 18	069 20	005 18
O _{Bozoo}	8127 7 8151 5	0969 4 0941 4	6067 4 6072 3	108 14 014 10	102 23	097 22	132 25	005 19	040 20	-002 17
O _{Bozio}	2847 7 2821 5	6036 4 6033 4	0792 4 0763 3	093 13 035 10	086 16	099 21	114 00	008 00	050 00	003 00
O _{Bmo0o}	8181 6 8192 6	8547 4 8549 4	1453 4 1458 3	142 14 061 11	067 00	178 00	172 00	008 00	059 00	016 00
O _{Bmoio}	2974 7 2960 5	3565 4 3540 4	6105 4 6087 3	109 13 055 11	127 00	112 00	113 00	041 00	073 00	059 00
O _{Bmzoo}	8106 6 8098 5	8517 4 8503 4	6033 4 6024 3	087 13 016 10	091 00	116 00	138 00	039 00	069 00	043 00
O _{Bmzio}	3423 7 3464 6	3586 4 3584 4	1336 4 1386 3	165 15 058 11	171 00	188 00	228 00	025 00	161 00	054 00
O _{Co0oo}	0147 7 0133 6	2795 3 2798 6	1349 4 1338 4	126 14 068 15	142 00	057 00	166 00	013 00	081 00	002 00
O _{Co0io}	5096 7 5069 6	7766 4 7771 6	6353 4 6339 4	124 14 016 13	157 00	074 00	165 00	007 00	081 00	014 00

ATOM	X/A	Y/B	Z/C	U	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O _{Co200}	0198 7	2908 3	6462 4	106 14	128 00	055 00	168 00	001 00	079 00	018 00
	0186 6	2894 5	6463 4	026 13						
O _{Co210}	5089 6	7966 3	1499 4	110 14	123 00	059 00	159 00	-024 00	068 00	008 00
	5060 6	7960 5	1499 4	051 13						
O _{Cm000}	0004 7	6807 4	1047 4	089 13	084 00	078 00	112 00	022 00	019 00	029 00
	9987 7	6800 6	1025 4	-002 18						
O _{Cm010}	5158 7	1787 3	6101 4	097 14	131 00	055 00	099 00	039 00	047 00	023 00
	5193 8	1797 6	6110 4	066 20						
O _{Cm200}	0081 6	6893 3	6009 4	088 14	091 00	051 00	099 00	023 00	025 00	028 00
	0099 7	6889 6	6005 4	073 19						
O _{Cm210}	5064 7	1963 4	0972 4	133 15	128 22	099 21	155 23	018 18	020 18	039 17
	5088 6	1961 6	0979 4	018 16						
O _{Do000}	1831 7	1057 4	1922 4	115 14	097 25	152 24	071 23	017 19	002 20	029 19
	1841 6	1055 5	1939 4	033 12						
O _{Do010}	7002 7	6078 4	6788 4	103 14	092 24	155 24	084 23	011 19	014 20	023 19
	7034 6	6086 5	6781 4	041 13						
O _{Do200}	2154 7	1024 4	6841 4	096 13	132 25	115 22	057 22	022 18	032 19	045 18
	2184 6	1033 4	6844 3	026 12						
O _{Do210}	6914 7	6046 4	2021 4	097 13	122 25	106 23	129 25	042 19	050 21	048 19
	6890 6	6048 4	2021 4	038 11						
O _{Dm000}	2031 7	8737 4	2099 4	116 14	099 24	110 22	086 23	-006 18	014 19	010 18
	2041 5	8748 4	2087 3	028 11						
O _{Dm010}	6890 7	3631 4	7332 4	152 15	124 25	159 24	115 24	017 20	004 20	016 19
	6878 5	3630 4	7342 3	063 11						
O _{Dm200}	1719 7	8562 4	7187 4	154 15	169 27	139 24	082 23	-008 19	-002 20	-006 19
	1729 5	8571 4	7206 3	050 11						

Tabelle C 10.3 Änderung der Strukturparameter zwischen An_{100} und An_{98}

Nur die Atome mit Änderungen > 0.0016 in den Ortsparametern sind aufgeführt.
Quelle für die in der zweiten Zeile erscheinenden Werte von An_{98} ist Czank [8]. Standardabweichungen sind jeweils nach den Parametern angeführt.

	x	y	z	Koordination zu
Ca_{zio}	7641 2 7641 2	5048 1 5073 1	0754 1 0729 1	
T_{2ozo}	6821 1 6808 2	1035 1 1036 1	6649 2 6641 1	
O_{A1oo}	0270 7 0246 6	1239 4 1252 3	9959 4 9949 3	Ca_{ooo}
C_{A1o1}	4869 7 4896 6	6236 4 6251 3	4869 4 4854 3	Ca_{oio}
O_{A2oo}	5757 7 5735 6	9910 4 9903 3	1437 4 1428 3	Ca_{ooo}
O_{A2oi}	0732 7 0752 6	4873 4 4876 3	6352 4 6362 3	Ca_{oio}
C_{A2zi}	0723 7 0753 6	4919 4 4926 3	1382 4 1390 3	Ca_{zio}
O_{Booi}	3337 7 3318 6	5956 4 5961 3	6054 4 6036 3	Ca_{oio}
C_{Bmoi}	2974 7 2995 6	3565 4 3562 3	6105 4 6124 3	Ca_{oio}
C_{Cozo}	0198 7 0216 6	2908 3 2909 3	6462 4 6477 3	Ca_{oio}
C_{Cmzi}	5064 7 5074 7	1963 4 1946 4	0792 4 0989 3	Ca_{ooo}
O_{Dmzi}	6996 7 6976 6	3701 4 3676 3	1963 4 1984 3	Ca_{zio}

T _{20zo}	O _A	O _B	O _C	O _D	T _{20zi}	O _A	O _B	O _C	O _D
O _{A2zo}	1.632 2 1.656 10	105.2 1 103.9 5	100.8 1 101.3 4	110.6 1 109.7 5	O _{A2zi}	1.635 2 1.613 10	109.1 1 110.6 5	102.6 1 102.8 4	110.7 1 111.1 5
O _{B2zo}	2.575 3 2.584 6	1.611 2 1.627 8	112.7 1 113.7 5	111.7 1 112.0 4	O _{B2zi}	2.658 3 2.675 6	1.628 2 1.641 7	113.2 1 111.2 5	107.3 1 107.4 4
O _{C2zo}	2.502 3 2.517 9	2.687 3 2.699 7	1.616 2 1.597 10	114.8 1 115.0 5	O _{C2zi}	2.534 3 2.538 9	2.705 3 2.702 7	1.612 2 1.634 9	113.9 1 113.7 5
O _{D2zo}	2.665 3 2.676 7	2.665 3 2.688 6	2.717 3 2.710 7	1.609 2 1.615 8	O _{D2zi}	2.641 3 2.636 7	2.581 3 2.599 6	2.674 3 2.694 7	1.577 2 1.584 8
	$\langle O \rangle$ 2.635 2.646	$\langle T \rangle$ 1.617 1.624	$\langle O-T \rangle$ 109.30 109.27			$\langle O \rangle$ 2.632 2.641	$\langle T \rangle$ 1.613 1.618	$\langle O-T \rangle$ 109.47 109.47	

T _{2mo}	O _A	O _B	O _C	O _D	T _{2moi}	O _A	O _B	O _C	O _D
O _{A2mo}	1.631 2 1.649 10	112.3 1 112.2 5	104.7 1 104.4 4	109.1 1 108.7 5	O _{A2oi}	1.635 2 1.634 10	108.3 1 109.4 5	106.2 1 106.1 4	108.3 1 107.8 5
O _{B2mo}	2.670 3 2.692 7	1.583 2 1.595 7	112.3 1 113.4 5	106.7 1 106.7 4	O _{B2oi}	2.637 3 2.652 7	1.619 2 1.616 8	111.9 1 112.2 5	109.3 1 109.2 4
O _{C2mo}	2.565 3 2.577 9	2.651 3 2.681 6	1.608 2 1.614 9	111.8 1 111.6 5	O _{C2oi}	2.583 3 2.588 9	2.663 3 2.672 6	1.595 2 1.604 10	112.6 1 112.2 5
O _{D2mo}	2.660 3 2.664 7	2.582 3 2.595 6	2.685 3 2.681 7	1.635 2 1.628 7	O _{D2oi}	2.634 3 2.644 7	2.637 3 2.653 6	2.670 3 2.691 7	1.614 2 1.640 8
	$\langle O \rangle$ 2.636 2.647	$\langle T \rangle$ 1.614 1.622	$\langle O-T \rangle$ 109.48 109.50			$\langle O \rangle$ 2.637 2.650	$\langle T \rangle$ 1.616 1.624	$\langle O-T \rangle$ 109.43 109.47	

Si: Gesamtittelwerte $\langle O \rangle$ 2.634 $\langle T \rangle$ 1.615 $\langle O-T \rangle$ 109.42
2.645 1.623 109.43

T ₂₀₀₀	O _A	O _B	O _C	O _D	T ₂₀₀₁	O _A	O _B	O _C	O _D
O _{A200}	1.762 1.763	2 108.7 11 109.7	1 104.3 5 104.6	1 107.2 5 106.3	1 5	1.774 1.783	2 100.8 10 99.9	1 99.4 5 98.7	1 107.7 5 108.1
O _{B000}	2.868 2.883	3 1.768 6 1.764	2 113.0 8 113.9	1 108.7 5 108.0	1 4	2.716 2.696	3 1.752 6 1.738	2 112.9 8 112.0	1 115.7 4 117.4
O _{Cmz1}	2.768 2.755	3 2.926 10 2.919	3 1.742 6 1.718	2 114.6 10 114.0	1 5	2.691 2.698	3 2.923 10 2.910	3 1.755 7 1.772	2 117.2 10 117.2
O _{Dmz0c}	2.796 2.780	3 2.827 7 2.812	3 2.907 6 2.877	3 1.712 7 1.713	2 8	2.832 2.834	3 2.950 6 2.953	3 2.976 6 2.979	3 1.732 7 1.718

$\langle O-O \rangle$ 2.849 $\langle T-O \rangle$ 1.746 $\langle O-T-O \rangle$ 109.42
 2.838 1.740 109.42

T _{2mz00}	O _A	O _B	O _C	O _D	T _{2mz1}	O _A	O _B	O _C	O _D
O _{A2zo}	1.763 1.759	2 108.3 12 108.9	1 106.1 6 105.1	1 103.0 5 102.9	1 5	1.754 1.751	2 110.5 11 111.6	1 104.5 5 104.9	1 107.5 5 106.4
O _{Bmzo}	2.844 2.856	3 1.746 6 1.752	2 110.8 9 110.5	1 111.9 6 111.8	1 5	2.846 2.854	3 1.709 6 1.698	2 111.8 8 113.3	1 109.3 5 107.4
O _{C001}	2.779 2.761	3 2.847 9 2.851	3 1.713 6 1.719	2 116.1 11 116.8	1 6	2.759 2.753	3 2.852 9 2.856	3 1.736 6 1.721	2 113.1 11 113.1
O _{D000c}	2.750 2.733	3 2.897 7 2.889	3 2.939 6 2.943	3 1.751 7 1.736	2 9	2.844 2.835	3 2.840 7 2.812	3 2.927 6 2.931	3 1.773 7 1.790

$\langle O-O \rangle$ 2.843 $\langle T-O \rangle$ 1.743 $\langle O-T-O \rangle$ 109.37
 2.839 1.742 109.33

T _{10zo}	O _A	O _B	O _C	O _D	T _{10zi}	O _A	O _B	O _C	O _D
O _{A1zo}	1.774	2	99.7	1	117.1	1	98.8	1	96.9
O _{A1zo}	1.776	9	99.2	5	115.9	7	99.7	5	96.1
O _{B1zo}	2.691	3	1.747	2	112.7	1	115.6	1	116.8
O _{B1zo}	2.681	6	1.745	10	112.3	5	117.0	7	115.9
O _{C1zo}	2.964	3	2.870	3	1.700	2	111.9	1	110.8
O _{C1zo}	2.958	7	2.873	7	1.714	14	111.7	5	111.2
O _{D1zo}	2.694	3	2.980	3	2.879	3	1.774	2	1.768
O _{D1zo}	2.700	6	2.985	5	2.872	8	1.757	10	1.771

2.846 1.749 1.757 1.757 1.757 1.757 1.757 1.757 1.757 1.757
 <O-O> <T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O>

T _{10oo}	O _A	O _B	O _C	O _D	T _{10oi}	O _A	O _B	O _C	O _D
O _{A1oo}	1.776	2	108.1	1	112.5	1	98.9	1	108.4
O _{A1oo}	1.748	10	109.5	6	112.8	5	98.9	5	107.9
O _{B1oo}	2.818	3	1.704	2	113.9	1	111.2	1	113.6
O _{B1oo}	2.816	6	1.700	8	113.4	6	110.6	5	114.3
O _{C1oo}	2.923	3	2.885	3	1.738	2	111.3	1	109.2
O _{C1oo}	2.924	9	2.895	8	1.764	14	110.8	6	109.8
O _{D1oo}	2.695	3	2.868	3	2.898	3	1.772	2	1.700
O _{D1oo}	2.692	6	2.874	6	2.928	8	1.794	9	1.687

2.848 1.748 1.749 1.749 1.749 1.749 1.749 1.749 1.749 1.749
 <O-O> <T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O> <O-T-O>

Al: Gesamtmittelwerte
 <O-O> 2.848 <T-O> 1.748 <O-T-O> 1.749 <O-T-O> 1.749 <O-T-O> 1.749 <O-T-O> 1.749 <O-T-O> 1.749 <O-T-O> 1.749

Si + Al: Gesamtmittelwerte
 <O-O> 2.741 <T-O> 1.682 <O-T-O> 1.685 <O-T-O> 1.685 <O-T-O> 1.685 <O-T-O> 1.685 <O-T-O> 1.685 <O-T-O> 1.685

T A B E L L E C 11.2

Koordination der Kationen

obere Zeile: RT untere Zeile: T = 55 K

Abstände $< 3 \text{ \AA}$ sind mit Standardabweichung angegeben, Abstände $3 \text{ \AA} < d < 4 \text{ \AA}$ ohne.

	Ca _{ooo}	O A _{2ooo}	O A _{2oio}	Ca _{oio}	O A _{2zoo}	Ca _{zoo}	O A _{2zio}	Ca _{zio}
O A _{2ooo}	2.304 2.306	2	0	2.341 2.342	2	2.340 2.347	0	2.290 2.304
O B _{ooo}	2.370 2.366	2	0	2.424 2.407	2	2.366 2.375	0	2.406 2.402
O D _{ooo}	2.393 2.391	2	0	2.429 2.430	2	2.453 2.417	0	2.438 2.419
O A _{1ooo}	2.510 2.494	2	0	2.448 2.463	2	2.487 2.470	0	2.451 2.454
O D _{ooo}	2.531 2.480	2	0	2.478 2.466	2	2.495 2.486	0	2.593 2.574
O A _{1ooo}	2.609 2.593	2	0	2.555 2.554	2	2.557 2.590	0	2.701 2.588
		7	0	2.807 2.797	2	2.726 2.713	0	2.835 2.874
			O A _{1oic}		8		O C _{oooo}	2
				2.497 2.494		2.489 2.485		2.531 2.516
O C _{ozio}	3.103 3.098		O A _{2oio}	3.251 3.238		3.339 3.330	O B _{mzio}	3.315 3.439
O C _{mzio}	3.271 3.302		O C _{ozoo}	3.794 3.815		3.763 3.789	O C _{oooo}	3.513 3.475
O A _{2zoc}	3.528 3.522		O D _{mzio}	3.881 3.911		3.853 3.850	O A _{2oic}	3.712 3.667
O B _{mooc}	3.783 3.804						O A _{2zio}	3.808 3.887
O B _{oooo}	3.962 3.936							

T - O - T Winkel mit Standardabweichung

T A B E L L E C 11.3

	O _A		O _B	O _C	O _D
1000	136.5 1 136.0 6	oooo	129.3 1 129.6 5	133.5 1 132.9 5	135.8 1 136.7 6
1010	138.5 1 138.1 6	oo1o	137.9 1 137.0 5	130.5 1 129.6 5	126.3 1 124.5 5
1200	136.5 1 136.6 6	ozoo	139.2 1 138.0 5	132.1 1 130.9 5	123.2 1 122.9 4
1210	135.0 1 133.5 5	oz1o	126.9 1 125.7 5	130.8 1 129.4 5	135.5 1 135.6 5
2000	126.9 1 126.7 4	mo0o	171.1 1 172.5 5	130.9 1 131.2 5	139.5 1 138.7 4
2010	122.6 1 121.7 4	mo1o	144.9 1 143.8 4	130.7 1 131.6 5	165.1 1 166.3 5
2200	123.5 1 123.0 4	mzoo	144.2 1 143.8 5	127.3 1 127.8 5	164.0 1 164.1 5
2210	125.3 1 125.8 4	mz1o	165.7 1 169.2 6	130.4 1 131.8 5	135.9 1 133.8 5

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MO A-REFLEXE

PAGE 2

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC				
7-13	2	729	-738	-8	-8	2	824	990	1	-5	2	1089	-1102	-7	-1	2	363	-353	0	2	2	94	160
-6-12	2	367	409	-6	-8	2	180	-227	3	-5	2	964	939	-5	-1	2	656	659	2	2	2	1034	-1018
-4-12	2	192	-203	-4	-8	2	551	597	5	-5	2	75	-44	-3	-1	2	345	-339	4	2	2	59	-88
-2-12	2	1216	-1198	-2	-8	2	1904	2000	7	-5	2	416	-415	-1	-1	2	112	-56	6	2	2	201	-186
0-12	2	503	489	0	-8	2	886	-871	-10	-4	2	220	198	1	-1	2	1068	939	8	2	2	47	-88
2-12	2	1165	-1145	2	-8	2	1145	1123	-8	-4	2	609	-668	3	-1	2	1090	1061	-9	3	2	220	-219
4-12	2	676	-684	4	-8	2	1185	1219	-6	-4	2	154	158	5	-1	2	716	-737	-7	3	2	119	-112
6-12	2	290	272	6	-8	2	512	-508	-4	-4	2	993	1021	7	-1	2	839	1040	-5	3	2	741	-732
-7-11	2	227	-262	-8	-8	2	1122	1166	-2	-4	2	2467	-2581	9	-1	2	721	-919	-3	3	2	1434	-1462
-5-11	2	450	-498	-9	-7	2	86	113	0	-4	2	2185	2106	-10	0	2	619	-614	-1	3	2	642	651
-3-11	2	657	-696	-7	-7	2	106	-173	2	-4	2	2386	-2306	-8	0	2	1569	1579	1	3	2	1904	-2012
-1-11	2	268	-275	-5	-7	2	103	-101	4	-4	2	657	-682	-6	0	2	93	-73	3	3	2	999	987
1-11	2	442	-450	-3	-7	2	260	224	6	-4	2	540	561	-4	0	2	1394	1368	5	3	2	719	-735
3-11	2	570	-594	-1	-7	2	933	-908	8	-4	2	336	-330	-2	0	2	1957	1896	7	3	2	92	-86
5-11	2	177	-186	1	-7	2	652	647	-9	-3	2	307	-309	0	0	2	147	206	9	3	2	259	-349
7-11	2	711	-704	3	-7	2	25	-21	-7	-3	2	406	424	2	0	2	263	-257	-10	4	2	244	-252
-8-10	2	42	114	5	-7	2	677	-690	-5	-3	2	991	-1003	4	0	2	1064	1099	-8	4	2	146	-175
-6-10	2	121	-98	7	-7	2	216	224	-3	-3	2	1213	-1191	6	0	2	847	-973	-6	4	2	1235	-1215
-4-10	2	177	-191	9	-7	2	723	-746	-1	-3	2	1098	1092	8	0	2	206	272	-4	4	2	1528	1533
-2-10	2	294	286	-10	-6	2	113	-73	1	-3	2	1756	-1702	-9	1	2	322	339	-2	4	2	2051	-2069
0-10	2	835	-818	-8	-6	2	68	41	3	-3	2	961	978	-7	1	2	517	-513	0	4	2	162	169
2-10	2	410	-395	-6	-6	2	86	-109	5	-3	2	110	-101	-5	1	2	1149	1175	2	4	2	370	-354
4-10	2	200	199	-4	-6	2	556	556	7	-3	2	130	-127	-3	1	2	611	-589	4	4	2	1542	-1580
6-10	2	587	-571	-2	-6	2	827	-875	9	-3	2	17	-86	-1	1	2	63	147	6	4	2	526	541
8-10	2	404	395	0	-6	2	217	215	-10	-2	2	430	-467	1	1	2	1296	1146	8	4	2	232	-270
-9	2	55	119	2	-6	2	1152	-1147	-8	-2	2	81	75	3	1	2	1156	1121	-9	5	2	97	100
-7	2	156	-130	4	-6	2	422	-436	-6	-2	2	625	-609	5	1	2	664	-675	-7	5	2	460	457
-5	2	599	609	6	-6	2	272	-278	-4	-2	2	937	945	7	1	2	1055	1257	-5	5	2	783	-782
-3	2	493	494	8	-6	2	100	-111	-2	-2	2	873	-882	9	1	2	721	-824	-3	5	2	971	-926
-1	2	57	81	-9	-5	2	216	-195	0	-2	2	1048	979	-10	2	2	985	-968	-1	5	2	960	963
1	2	1984	2017	-7	-5	2	463	458	2	-2	2	1075	-1037	-8	2	2	378	370	1	5	2	1971	-2049
3	2	461	459	-5	-5	2	973	-1038	4	-2	2	535	538	-6	2	2	917	-912	3	5	2	1528	1585
5	2	558	566	-3	-5	2	530	-518	8	-2	2	316	394	-4	2	2	446	433	5	5	2	97	-61
7	2	1044	1043	-1	-5	2	1046	990	-9	-1	2	101	156	-2	2	2	471	-474	7	5	2	125	-62

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO MD A-REFLEXE

H	K	L	10FD	10FC	Y	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
9	5	2	119	119	1	9	2	217	-181	5	13	2	336	320	2-14	4	341	337	-5-9
-10	6	2	263	247	3	9	2	491	-492	-6	14	2	792	-784	4-14	4	818	832	-3-9
-8	6	2	724	707	5	9	2	570	-589	-4	14	2	247	217	-7-13	4	617	-622	-1-9
-6	6	2	69	62	7	9	2	290	269	-2	14	2	790	-759	-5-13	4	247	250	1-9
-4	6	2	2118	2187	-8	10	2	245	241	0	14	2	708	-678	-3-13	4	359	363	3-9
-2	6	2	251	212	-6	10	2	341	298	2	14	2	177	158	-1-13	4	1019	-981	5-9
0	6	2	1286	1248	-4	10	2	539	-513	4	14	2	1014	-1044	1-13	4	816	807	7-9
2	6	2	842	858	-2	10	2	1008	1001	-5	15	2	681	-682	3-13	4	509	-508	-8-8
4	6	2	229	-231	0	10	2	170	151	-3	15	2	938	-906	5-13	4	516	-511	-6-8
6	6	2	558	625	2	10	2	420	-401	-1	15	2	619	-592	-8-12	4	185	-174	-4-8
8	6	2	72	72	4	10	2	319	300	1	15	2	857	-799	-6-12	4	103	-100	-2-8
-9	7	2	702	685	6	10	2	127	-132	3	15	2	538	-526	-4-12	4	1190	-1250	0-8
-7	7	2	85	73	-7	11	2	37	36	-4	16	2	383	-390	-2-12	4	97	-132	2-8
-5	7	2	1203	1205	-5	11	2	511	523	-2	16	2	564	549	0-12	4	1011	-1001	4-8
-3	7	2	381	-367	-3	11	2	75	26	0	16	2	402	383	2-12	4	787	-790	6-8
-1	7	2	1256	1209	-1	11	2	264	251	2	16	2	279	-291	4-12	4	108	50	8-8
1	7	2	223	212	3	11	2	193	206	-3	17	2	566	547	6-12	4	664	-672	-9-7
3	7	2	959	959	3	11	2	555	567	-1	17	2	287	277	-7-11	4	799	-885	-9-7
5	7	2	45	51	5	11	2	146	182	1	17	2	882	826	-5-11	4	567	-587	-5-7
7	7	2	401	478	7	11	2	290	338	-3	17	4	343	-349	-3-11	4	304	-296	-3-7
7	7	2	124	-126	-8	12	2	311	308	-1	17	4	319	301	-1-11	4	1475	-1439	-1-7
-8	8	2	235	-261	-6	12	2	193	-197	1	17	4	731	-733	1-11	4	204	-235	1-7
-6	8	2	1232	-1232	-4	12	2	1193	1181	-2	16	4	189	-177	3-11	4	1015	-1012	3-7
-4	8	2	290	277	-2	12	2	233	221	0	16	4	151	143	5-11	4	822	-830	5-7
-2	8	2	304	-305	0	12	2	68	56	2	16	4	288	284	7-11	4	231	-247	-7-7
0	8	2	1408	-1419	2	12	2	1215	1155	-5	15	4	535	532	-8-10	4	158	-195	-10-6
2	8	2	228	222	4	12	2	580	-583	-3	15	4	546	537	-6-10	4	225	-215	-8-6
4	8	2	563	-592	6	12	2	457	465	-1	15	4	822	822	-2-10	4	686	-701	-6-6
6	8	2	369	-397	-7	13	2	509	511	1	15	4	463	458	0-10	4	221	-227	-4-6
8	8	2	34	-40	-5	13	2	135	-130	3	15	4	115	125	2-10	4	158	166	-2-6
-9	9	2	1408	-1390	-3	13	2	177	165	-6	14	4	585	633	4-10	4	130	-127	0-6
-7	9	2	448	446	-1	13	2	445	415	-4	14	4	275	-264	6-10	4	209	198	2-6
-5	9	2	1703	-1712	1	13	2	343	-323	-2	14	4	875	868	-9-9	4	146	140	4-6
-3	9	2	724	-755	3	13	2	452	457	0	14	4	116	145	-7-9	4	1192	1285	6-6

AN100	MD	A-REFLEXE
1	1	1
2	2	2
3	3	3
4	4	4
5	5	5
6	6	6
7	7	7
8	8	8
9	9	9
10	10	10
11	11	11
12	12	12
13	13	13
14	14	14
15	15	15
16	16	16
17	17	17
18	18	18
19	19	19
20	20	20
21	21	21
22	22	22
23	23	23
24	24	24
25	25	25
26	26	26
27	27	27
28	28	28
29	29	29
30	30	30
31	31	31
32	32	32
33	33	33
34	34	34
35	35	35
36	36	36
37	37	37
38	38	38
39	39	39
40	40	40
41	41	41
42	42	42
43	43	43
44	44	44
45	45	45
46	46	46
47	47	47
48	48	48
49	49	49
50	50	50
51	51	51
52	52	52
53	53	53
54	54	54
55	55	55
56	56	56
57	57	57
58	58	58
59	59	59
60	60	60
61	61	61
62	62	62
63	63	63
64	64	64
65	65	65
66	66	66
67	67	67
68	68	68
69	69	69
70	70	70
71	71	71
72	72	72
73	73	73
74	74	74
75	75	75
76	76	76
77	77	77
78	78	78
79	79	79
80	80	80
81	81	81
82	82	82
83	83	83
84	84	84
85	85	85
86	86	86
87	87	87
88	88	88
89	89	89
90	90	90
91	91	91
92	92	92
93	93	93
94	94	94
95	95	95
96	96	96
97	97	97
98	98	98
99	99	99
100	100	100

8	4	471	1703	7	1	4	201	-214	-3	5	4	993	-965	-5	9	4	1146	1132	
-9	-5	147	1017	9	1	4	253	-359	-1	5	4	1055	991	-3	9	4	398	-390	
-7	-5	4	1260	-10	2	4	189	168	1	5	4	1170	-1175	-1	9	4	1421	1430	
-3	-5	4	1067	-8	2	4	1011	1001	3	5	4	812	771	1	9	4	881	847	
-1	-5	4	231	-6	2	4	177	-174	5	5	4	1181	-1165	3	9	4	193	184	
1	-5	4	185	-4	2	4	2065	2039	-10	6	4	803	-786	5	9	4	757	747	
3	-5	4	296	-2	2	4	268	252	-8	6	4	433	-412	7	9	4	82	113	
5	5	4	373	0	2	4	15	-7	-6	6	4	189	176	-8	10	4	393	379	
7	-5	4	92	2	2	4	1877	1872	-4	6	4	1971	-2028	-6	10	4	472	-470	
-10	-4	4	896	-924	4	2	4	82	-54	-2	6	4	795	-785	-2	10	4	747	736
-8	-4	4	1213	1235	6	2	4	1043	1044	0	6	4	1448	-1423	-2	10	4	69	83
-6	-4	4	1172	-1202	8	2	4	168	202	2	6	4	1770	-1787	0	10	4	1174	-1161
-4	-4	4	654	-664	-9	3	4	634	607	4	6	4	859	-833	2	10	4	1067	1051
-2	-4	4	353	-384	-7	3	4	421	-405	6	6	4	196	-201	4	10	4	798	-766
0	-4	4	339	-452	-5	3	4	1014	1032	8	6	4	898	-1007	6	10	4	239	249
2	-4	4	374	-399	-3	3	4	1690	-665	-9	7	4	339	343	-7	11	4	416	-406
6	-4	4	86	11	1	3	4	609	-560	-5	7	4	981	-966	-3	11	4	71	-49
-9	-3	4	979	955	3	3	4	1703	1785	-7	7	4	382	355	-5	11	4	650	-640
-7	-3	4	2896	-2963	5	3	4	1248	1288	-3	7	4	930	-938	-1	11	4	269	269
-7	-3	4	3043	-2902	7	3	4	373	-355	-1	7	4	456	441	1	11	4	269	-268
-5	-3	4	526	498	-10	4	4	476	582	1	7	4	398	-404	3	11	4	101	-101
-3	-3	4	2561	-2607	-8	4	4	465	-460	5	7	4	405	-414	5	11	4	105	-113
-1	-3	4	212	-212	-6	4	4	267	249	7	7	4	193	-213	-8	12	4	391	-381
1	-3	4	448	-560	-4	4	4	1555	1564	-10	8	4	237	243	-6	12	4	595	569
3	-3	4	233	-231	-2	4	4	1528	-1491	-8	8	4	822	796	-4	12	4	973	-960
5	-3	4	331	-328	-2	4	4	944	923	-6	8	4	261	-252	-2	12	4	69	24
7	-3	4	331	-328	-2	4	4	516	568	-4	8	4	1783	1792	0	12	4	432	-408
9	-3	4	371	350	2	4	4	1270	-1197	-2	8	4	698	695	2	12	4	807	-779
-10	-2	4	477	-525	6	4	4	1051	1056	0	8	4	401	-378	4	12	4	156	-148
-8	-2	4	1756	1821	8	4	4	657	670	2	8	4	2132	2274	-7	13	4	408	-388
-6	-2	4	233	-282	-9	5	4	374	-439	4	8	4	417	-405	-5	13	4	398	-388
-4	-2	4	401	379	-7	5	4	509	505	6	8	4	869	1037	-3	13	4	236	221
-2	-2	4	272	-245	-5	5	4	1252	-1237	-9	9	4	231	244	-1	13	4	327	-316
-2	-2	4	1113	1099	5	1	4	164	171	-7	9	4	123	-112	-1	13	4	331	-307

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MO A-REFLEXE

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
3	13	4	323	297	2-14		6	233	220	-5	-9	6	378	-365	-5	-5	6	472	459
5	13	4	489	-492	4-14		6	198	-192	-3	-9	6	713	727	-3	-5	6	889	-899
-6	14	4	984	940	-7-13		6	353	360	-1	-9	6	867	-861	-1	-5	6	244	-220
-4	14	4	570	-553	-5-13		6	58	43	1	-9	6	571	-573	1	-5	6	425	-407
-2	14	4	256	253	-3-13		6	295	-291	3	-9	6	169	164	3	-5	6	922	-926
0	14	4	420	395	-1-13		6	101	55	5	-9	6	823	-824	5	-5	6	133	151
2	14	4	504	-469	1-13		6	69	56	-10	-8	6	104	89	7	-5	6	118	66
4	14	4	314	337	3-13		6	751	-735	-8	-8	6	555	-516	-8	-4	6	602	579
-5	15	4	135	-118	5-13		6	712	722	-6	-8	6	1085	1091	-6	-4	6	1649	-1663
-3	15	4	210	208	-8-12		6	97	81	-4	-8	6	1038	-1066	-4	-4	6	932	958
-1	15	4	59	-51	-6-12		6	870	-859	-2	-8	6	178	165	-2	-4	6	571	-527
1	15	4	343	327	-4-12		6	414	419	0	-8	6	1367	1341	0	-4	6	1011	-1016
3	15	4	302	291	-2-12		6	94	-110	2	-8	6	1063	-1073	2	-4	6	1649	1678
-4	16	4	174	142	0-12		6	551	-565	4	-8	6	635	634	4	-4	6	546	-557
-2	16	4	164	120	2-12		6	728	731	6	-8	6	53	-75	6	-4	6	91	-5
0	16	4	223	-214	4-12		6	214	-239	-9	-7	6	127	78	-11	-3	6	169	204
2	16	4	99	111	6-12		6	279	-294	-7	-7	6	429	427	-7	-3	6	326	355
-3	17	4	217	-219	-7-11		6	273	264	-5	-7	6	235	-256	-9	-3	6	37	33
-1	17	4	280	260	-5-11		6	151	146	-3	-7	6	996	1003	-7	-3	6	168	-172
-3	17	6	926	910	-3-11		6	84	99	1	-7	6	418	401	-5	-3	6	1622	1690
1	-17	6	173	-174	-1-11		6	194	-160	1	-7	6	499	-485	-3	-3	6	778	-786
1	-17	6	740	751	1-11		6	453	442	3	-7	6	1031	1023	-1	-3	6	105	-45
-4	-16	6	434	-435	3-11		6	354	-349	5	-7	6	210	-200	1	-3	6	641	632
0	-16	6	320	312	5-11		6	621	601	7	-7	6	389	379	3	-3	6	936	-966
0	-16	6	496	501	-8-10		6	158	-145	-10	-6	6	94	-93	5	-3	6	343	343
2	-16	6	225	-254	-6-10		6	117	102	-8	-6	6	205	-208	7	-3	6	290	313
-5	-15	6	732	-695	-2-10		6	97	-91	-6	-6	6	178	-165	-10	-2	6	341	353
6	-15	6	208	208	-4-10		6	73	66	-4	-6	6	471	-484	-8	-2	6	635	624
1	-15	6	240	-220	0-10		6	574	573	-2	-6	6	54	34	-8	-2	6	343	-330
3	-15	6	465	-476	2-10		6	23	-32	-2	-6	6	256	242	-4	-2	6	638	625
-6	-14	6	273	-248	4-10		6	334	318	4	-6	6	147	133	-2	-2	6	76	-41
-4	-14	6	34	-11	6-10		6	90	-82	6	-6	6	92	-93	0	-2	6	146	-138
-2	-14	6	58	-13	-9	-9	6	216	209	-9	-5	6	367	-377	2	-2	6	1034	1038
0	-14	6	216	-199	-7	-9	6	223	211	-7	-5	6	165	-138	4	-2	6	389	-384

[illegible]

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-6	2	6	1109	1090	5	5	6	138	132	1	9	6	265	238	0	14	6	298	-281
-4	2	6	692	-670	7	5	6	153	-149	3	9	6	1119	1083	2	14	6	709	662
-2	2	6	1040	1050	-10	6	6	672	-632	5	9	6	373	356	-5	15	6	882	852
0	2	6	487	462	-8	6	6	503	-487	-8	10	6	713	-693	-3	15	6	713	699
2	2	6	808	774	-6	6	6	1408	-1405	-6	10	6	957	942	-1	15	6	664	622
4	2	6	737	774	-4	6	6	1823	-1881	-4	10	6	345	-348	1	15	6	1048	965
6	2	6	349	-453	-2	6	6	436	-442	-2	10	6	104	-123	-2	16	6	58	46
-11	3	6	142	-133	0	6	6	2091	-2504	0	10	6	341	315	-4	16	6	177	-209
-9	3	6	696	655	2	6	6	326	311	2	10	6	371	361	0	16	6	44	79
-7	3	6	208	-192	4	6	6	1107	-1049	4	10	6	290	-261	-4	16	8	327	328
-5	3	6	1528	1570	6	6	6	276	-266	6	10	6	626	584	-2	16	8	414	390
-3	3	6	229	-187	-9	7	6	37	-67	-9	11	6	89	56	0	16	8	178	-165
-1	3	6	1014	1062	-7	7	6	853	-833	-7	11	6	464	-459	-5	15	8	261	-256
1	3	6	154	162	-5	7	6	151	126	-5	11	6	290	-280	-3	15	8	426	-428
3	3	6	158	147	-3	7	6	625	-625	-3	11	6	86	-72	-1	15	8	721	-742
5	3	6	488	443	-1	7	6	141	-132	-1	11	6	358	-348	1	15	8	267	293
7	3	6	212	232	1	7	6	444	-448	1	11	6	468	-461	-1	15	8	160	-171
-10	4	6	296	273	3	7	6	552	-535	3	11	6	418	-411	-2	14	8	634	-634
-8	4	6	786	754	5	7	6	143	-101	5	11	6	257	-227	2	14	8	772	-807
-6	4	6	178	-170	7	7	6	239	-281	-8	12	6	571	-560	-5	13	8	342	365
-4	4	6	15	-2	-10	8	6	887	876	-6	12	6	320	-326	-5	13	8	908	-938
-2	4	6	964	1043	-8	8	6	57	73	-4	12	6	1488	-1474	-3	13	8	417	403
0	4	6	1233	-1278	-6	8	6	1434	1432	-2	12	6	168	-145	-1	13	8	326	-334
2	4	6	1837	1795	-4	8	6	318	308	0	12	6	1475	-1389	1	13	8	417	-436
4	4	6	420	-397	-2	8	6	1043	1056	2	12	6	291	-267	3	13	8	477	492
6	4	6	278	266	0	8	6	910	895	4	12	6	417	-403	-8	12	8	276	-309
-11	5	6	64	-75	2	8	6	1182	1151	-7	13	6	629	-625	-8	12	8	583	625
-9	5	6	133	-122	4	8	6	180	168	-3	13	6	757	-739	-4	12	8	437	431
-7	5	6	1144	-1114	6	8	6	1038	998	-1	13	6	461	-444	-2	12	8	51	-47
-5	5	6	1555	1567	-9	9	6	1140	1107	1	13	6	95	17	0	12	8	1064	1068
-3	5	6	1716	-1727	-7	9	6	598	602	3	13	6	948	-897	2	12	8	188	-193
-1	5	6	112	-92	-5	9	6	508	495	-6	14	6	418	404	4	12	8	327	344
1	5	6	232	229	-3	9	6	1743	1729	-4	14	6	239	-216	-7	11	8	1140	1171
3	5	6	1649	-1586	-1	9	6	1005	1030	-2	14	6	1279	1243	-5	11	8	377	-371
				</															

AN100	MD	A-REFLEXE
1	1	1
2	2	2
3	3	3
4	4	4
5	5	5
6	6	6
7	7	7
8	8	8
9	9	9
10	10	10
11	11	11
12	12	12
13	13	13
14	14	14
15	15	15
16	16	16
17	17	17
18	18	18
19	19	19
20	20	20
21	21	21
22	22	22
23	23	23
24	24	24
25	25	25
26	26	26
27	27	27
28	28	28
29	29	29
30	30	30
31	31	31
32	32	32
33	33	33
34	34	34
35	35	35
36	36	36
37	37	37
38	38	38
39	39	39
40	40	40
41	41	41
42	42	42
43	43	43
44	44	44
45	45	45
46	46	46
47	47	47
48	48	48
49	49	49
50	50	50
51	51	51
52	52	52
53	53	53
54	54	54
55	55	55
56	56	56
57	57	57
58	58	58
59	59	59
60	60	60
61	61	61
62	62	62
63	63	63
64	64	64
65	65	65
66	66	66
67	67	67
68	68	68
69	69	69
70	70	70
71	71	71
72	72	72
73	73	73
74	74	74
75	75	75
76	76	76
77	77	77
78	78	78
79	79	79
80	80	80
81	81	81
82	82	82
83	83	83
84	84	84
85	85	85
86	86	86
87	87	87
88	88	88
89	89	89
90	90	90
91	91	91
92	92	92
93	93	93
94	94	94
95	95	95
96	96	96
97	97	97
98	98	98
99	99	99
100	100	100

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
1	-7	8	1488	1507	-1	-3	8	944	-922	-9	1	8	517	516	4	4	8	1448	-1383
3	-7	8	131	-126	1	-3	8	2333	-2413	-7	1	8	377	-370	-7	9	8	157	134
5	-7	8	436	430	3	-3	8	103	-74	-5	1	8	1326	1355	-11	5	8	489	-445
-10	-6	8	173	174	5	-3	8	635	-626	-3	1	8	349	-344	-9	5	8	224	192
-8	-6	8	480	463	7	-3	8	929	-928	-1	1	8	497	-486	-7	5	8	324	332
-6	-6	8	463	479	-10	-2	8	369	-344	1	1	8	1186	1180	-5	5	8	343	-362
-4	-6	8	1081	1086	-8	-2	8	1146	-1134	3	1	8	341	-320	-3	5	8	234	-326
-2	-6	8	815	829	-6	-2	8	1014	-994	5	1	8	353	349	1	5	8	515	-508
0	-6	8	1169	1161	-4	-2	8	1030	-1027	7	1	8	483	455	3	5	8	161	-125
2	-6	8	527	536	-2	-2	8	1275	-1294	-10	2	8	440	-436	5	5	8	834	784
4	-6	8	535	530	0	-2	8	1225	-1221	-8	2	8	59	-13	-10	6	8	1007	969
6	-6	8	414	431	2	-2	8	784	-787	-6	2	8	149	140	-8	6	8	937	-923
-9	-5	8	370	367	4	-2	8	1354	-1309	-4	2	8	1205	-1241	-6	6	8	680	687
-7	-5	8	784	759	6	-2	8	365	-372	-2	2	8	1555	1596	-4	6	8	660	701
-5	-5	8	177	-135	-11	-1	8	153	150	0	2	8	977	-982	-2	6	8	236	308
-3	-5	8	485	502	-9	-1	8	422	417	2	2	8	169	159	0	6	8	457	762
-1	-5	8	532	544	-7	-1	8	168	166	4	2	8	312	-296	2	6	8	1381	1290
1	-5	8	186	-174	-5	-1	8	897	904	6	2	8	272	-245	4	6	8	346	-297
3	-5	8	1133	1113	-3	-1	8	134	114	-11	3	8	310	-311	6	6	8	830	783
5	-5	8	373	367	-1	-1	8	400	407	-9	3	8	206	193	-9	7	8	255	248
7	-5	8	169	180	1	-1	8	822	829	-7	3	8	322	-324	-3	7	8	229	228
-10	-4	8	358	372	3	-1	8	389	390	-5	3	8	58	-48	-1	7	8	169	-263
-8	-4	8	566	-566	5	-1	8	607	598	-3	3	8	559	-640	1	7	8	314	299
-6	-4	8	147	118	7	-1	8	379	389	-1	3	8	357	-371	3	7	8	208	-177
-4	-4	8	795	798	-10	0	8	127	-89	1	3	8	589	-587	5	7	8	609	572
-2	-4	8	540	-589	-8	0	8	1012	966	3	3	8	165	118	-10	8	8	42	-19
0	-4	8	798	818	-6	0	8	1164	1179	5	3	8	559	-509	-8	8	8	353	-333
2	-4	8	82	-94	-4	0	8	288	285	7	3	8	532	484	-6	8	8	495	488
4	-4	8	694	-684	-2	0	8	3110	3193	-10	4	8	1292	-1250	-4	8	8	1127	-1327
6	-4	8	377	366	0	0	8	539	516	-8	4	8	251	-260	-2	8	8	950	1244
-11	-3	8	701	-652	2	0	8	1528	1526	-6	4	8	393	-398	0	8	8	477	-891
-9	-3	8	197	-384	4	0	8	1008	970	-4	4	8	786	-1000	2	8	8	28	55
-5	-3	8	1917	-1984	6	0	8	374	369	-2	4	8	562	-581	4	8	8	100	-116
-3	-3	8	1019	-1017	-11	1	8	327	317	0	4	8	562	-581	4	8	8	100	-116

H	K	L	LOFD	10FC	H	K	L	LOFD	10FC	H	K	L	LOFD	10FC	H	K	L	LOFD	10FC
4	6	10	917	830	3	11	10	300	-255	-8	-10	12	88	76	4	-6	12	330	-305
-9	7	10	437	425	-8	12	10	50	66	-6	-10	12	519	-513	-9	-5	12	390	-366
-7	7	10	436	430	-6	12	10	709	697	-4	-10	12	87	-102	-7	-5	12	485	-476
-5	7	10	198	-171	-4	12	10	566	561	-2	-10	12	492	-486	-5	-5	12	130	-83
-3	7	10	920	1061	-2	12	10	524	512	0	-10	12	33	31	-3	-5	12	764	-739
-1	7	10	228	-312	0	12	10	709	657	2	-10	12	198	-179	-1	-5	12	61	-51
1	7	10	987	948	2	12	10	134	114	-7	-9	12	424	514	1	-5	12	776	-757
3	7	10	129	144	-7	13	10	370	365	-7	-9	12	404	413	3	-5	12	535	-507
5	7	10	489	453	-5	13	10	442	-445	-5	-9	12	779	755	-10	-4	12	298	-283
-8	8	10	729	-716	-3	13	10	959	924	-3	-9	12	1014	1024	-8	-4	12	354	329
-6	8	10	122	-159	-1	13	10	546	-501	-1	-9	12	751	758	-6	-4	12	1046	-1023
-4	8	10	442	-441	1	13	10	548	503	1	-9	12	397	404	-4	-4	12	112	-123
-2	8	10	299	-303	-6	14	10	77	73	3	-9	12	921	925	-2	-4	12	489	-467
0	8	10	484	-625	-4	14	10	700	-684	-8	-8	12	412	497	0	-4	12	811	-807
2	8	10	397	-360	-2	14	10	550	-492	-6	-8	12	702	701	2	-4	12	275	264
4	8	10	422	-373	0	14	10	25	-42	-4	-8	12	296	283	4	-4	12	212	-194
-9	9	10	1001	-972	-3	15	10	93	71	-2	-8	12	330	321	-11	-3	12	477	505
-7	9	10	202	206	-4	-14	12	598	594	0	-8	12	1070	1070	-9	-3	12	444	-423
-5	9	10	660	-641	-2	-14	12	149	167	2	-8	12	157	193	-7	-3	12	298	287
-3	9	10	871	-895	0	-14	12	682	685	4	-8	12	615	606	-5	-3	12	1311	1317
-1	9	10	318	-337	-5	-13	12	389	370	-9	-7	12	421	445	-3	-3	12	654	-661
1	9	10	55	24	-3	-13	12	113	-93	-7	-7	12	262	-294	-1	-3	12	1488	1488
3	9	10	1153	-1047	-3	-13	12	599	597	-5	-7	12	263	-271	1	-3	12	575	556
-8	10	10	343	-331	1	-13	12	151	-134	-3	-7	12	916	895	3	-3	12	209	-192
-6	10	10	223	-235	-6	-12	12	971	-999	-1	-7	12	311	-320	5	-3	12	845	791
-4	10	10	350	340	-4	-12	12	141	149	1	-7	12	367	-366	-10	-2	12	173	180
-2	10	10	170	-191	-2	-12	12	889	-868	3	-7	12	635	608	-8	-2	12	776	764
0	10	10	288	-300	0	-12	12	491	-503	-10	-6	12	245	-218	-6	-2	12	132	92
2	10	10	71	24	-2	-12	12	145	-162	-8	-6	12	114	128	-4	-2	12	468	478
-7	11	10	641	651	-7	-11	12	535	-520	-6	-6	12	316	-304	-2	-2	12	523	525
-5	11	10	253	-240	-5	-11	12	286	-308	-4	-6	12	198	-185	0	-2	12	178	185
-3	11	10	192	172	-3	-11	12	1461	-1476	-2	-6	12	570	-562	2	-2	12	728	707
-1	11	10	19	9	-1	-11	12	154	-144	0	-6	12	170	-170	4	-2	12	457	461
1	11	10	670	612	1	-11	12	1005	-1037	2	-6	12	227	-221	-11	-1	12	176	-160

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MD A-REFLEXE

PAGE 10

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-5	3	12	288	-298	-6	8	12	308	309	0	-12	14	265	243	2	-6	14	170	-188
-3	3	12	711	693	-4	8	12	176	197	-7	-11	14	151	-176	-9	-5	14	124	-137
-1	3	12	134	-120	-2	8	12	264	-292	-5	-11	14	460	-463	-7	-5	14	547	-510
1	3	12	324	302	0	8	12	501	508	-3	-11	14	142	-125	-5	-5	14	133	-165
3	3	12	28	9	2	8	12	351	-301	-1	-11	14	111	-123	-3	-5	14	788	-759
-10	4	12	29	1	-9	9	12	417	-396	1	-11	14	729	-725	-1	-5	14	257	-258
-8	4	12	391	369	-7	9	12	362	343	-8	-10	14	124	-144	0	-5	14	748	-739
-6	4	12	98	-76	-5	9	12	849	-881	-6	-10	14	343	-335	2	0	14	279	-245
-2	4	12	314	289	-3	9	12	578	662	-4	-10	14	210	206	-9	1	14	108	106
0	4	12	172	-184	-1	9	12	177	-234	-2	-10	14	263	-264	-10	-4	14	162	117
2	4	12	369	336	1	9	12	119	-99	0	-10	14	76	65	-8	-4	14	653	-629
4	4	12	420	399	-8	10	12	567	-552	-5	-9	14	725	710	-4	-4	14	373	-363
-9	5	12	747	-718	-6	10	12	505	484	-3	-9	14	256	-248	-2	-4	14	335	323
-7	5	12	96	-48	-4	10	12	101	118	-1	-9	14	322	310	0	-4	14	194	182
-5	5	12	52	14	-2	10	12	678	-750	1	-9	14	80	-36	-9	-3	14	658	599
-3	5	12	383	-398	0	10	12	495	712	-8	-8	14	909	898	-7	-3	14	735	715
-1	5	12	278	-237	2	10	12	619	-532	-6	-8	14	99	-102	-5	-3	14	271	260
1	5	12	555	513	-7	11	12	425	431	-4	-8	14	387	367	-5	-3	14	468	480
3	5	12	1038	-939	-5	11	12	603	-599	-2	-8	14	1020	1024	-1	-3	14	803	789
-10	6	12	51	-42	-3	11	12	688	707	0	-8	14	112	73	1	-3	14	524	-501
-8	6	12	500	491	-1	11	12	103	-104	2	-8	14	586	607	-3	-3	14	759	775
-6	6	12	589	-570	1	11	12	150	145	-9	-7	14	249	214	-10	-2	14	725	689
-4	6	12	256	-246	-6	12	12	79	59	-7	-7	14	241	-223	-8	-2	14	137	-94
-2	6	12	124	-120	-4	12	12	319	320	-5	-7	14	1077	1040	-6	-2	14	579	583
0	6	12	784	-753	-2	12	12	233	-262	-3	-7	14	542	-517	-4	-2	14	576	569
2	6	12	307	-263	0	12	12	180	207	-1	-7	14	253	251	-2	-2	14	202	219
4	6	12	70	85	-5	13	12	101	-53	1	-7	14	294	285	0	-2	14	618	594
-9	7	12	441	-406	-3	13	12	300	315	3	-7	14	190	-198	2	-2	14	657	623
-7	7	12	355	350	-1	13	12	248	-230	-10	-6	14	669	-621	-9	-1	14	80	55
-3	7	12	323	324	-5	-13	14	145	-159	-8	-6	14	68	102	-7	-1	14	244	-216
-1	7	12	51	-20	-3	-13	14	17	22	-6	-6	14	621	-577	-3	-1	14	282	-265
1	7	12	634	577	-6	-12	14	200	-236	-4	-6	14	611	-600	-1	-1	14	146	-130
3	7	12	456	-378	-4	-12	14	117	-82	-2	-6	14	87	99	1	-1	14	324	-301
-8	8	12	166	-144	-2	-12	14	680	-681	0	-6	14	523	-500	3	-1	14	65	-86

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
2	4	14	280	267	-7	-9	16	472	-459	-10	-2	16	381	-361	-1	3	16	239	223
9	5	14	532	-610	-5	-9	16	345	-346	-8	-2	16	402	-385	1	3	16	52	-89
7	5	14	369	504	-3	-9	16	757	-745	-6	-2	16	189	162	-8	4	16	202	-186
5	5	14	408	-778	-1	-9	16	110	-105	-4	-2	16	784	-736	-6	4	16	96	148
3	5	14	108	-206	-8	-8	16	332	-320	-2	-2	16	113	121	-7	-3	16	74	-159
1	1	5	912	-856	-6	-8	16	80	-71	0	-2	16	413	-362	0	4	16	79	-4
6	14	763	-1135	8	-4	-8	16	156	155	2	-2	16	347	-356	-9	5	16	338	324
6	6	14	428	-872	-2	-8	16	235	-244	-9	-1	16	497	464	-7	5	16	302	-319
4	6	14	252	-600	0	-8	16	342	-336	-7	-1	16	231	-193	-3	5	16	84	172
2	2	6	669	-1479	-7	-7	16	362	359	-5	-1	16	261	261	-1	5	16	371	-505
0	6	14	113	-222	-5	-7	16	32	8	-3	-1	16	100	102	1	5	16	196	159
2	6	14	778	-699	-3	-7	16	414	-399	-1	-1	16	75	-44	-8	6	16	408	-426
9	7	14	497	-536	1	-7	16	772	751	1	0	16	334	315	-6	6	16	71	34
7	7	14	142	316	1	-7	16	395	-397	-10	0	16	149	115	-5	-1	18	61	-17
5	7	14	237	-601	-8	-6	16	93	-97	-8	0	16	166	-168	0	6	16	216	205
3	7	14	42	-129	-6	-6	16	189	189	-6	0	16	88	74	-7	7	16	276	-434
1	7	14	593	-545	-4	-6	16	335	322	-4	0	16	244	242	-3	7	16	51	-94
8	8	14	233	415	-2	-6	16	420	404	-2	0	16	283	257	-1	7	16	304	-560
4	8	14	188	524	0	-6	16	193	-190	2	0	16	302	288	-6	8	16	117	-155
2	8	14	88	113	-9	-5	16	527	472	-9	1	16	265	-252	-4	8	16	184	395
0	8	14	354	703	-5	-5	16	448	431	-7	1	16	464	446	-5	9	16	201	429
-7	9	14	104	205	-1	-5	16	414	402	-5	1	16	165	-177	-3	9	16	27	-8
-5	9	14	205	643	-1	-5	16	391	363	-3	1	16	404	-413	-6	-8	18	190	166
1	9	14	16	-20	-8	-4	16	102	44	-1	1	16	524	473	-4	-8	18	798	-754
1	9	14	585	707	-6	-4	16	480	470	1	1	16	261	-233	-7	-7	18	367	-339
-6	10	14	87	-102	-2	-4	16	685	660	-6	2	16	31	5	-5	-7	18	80	-67
-3	11	14	87	162	0	-4	16	219	-198	-4	2	16	438	512	-3	-7	18	426	411
4	12	14	84	-255	-9	-3	16	548	496	-2	2	16	260	295	-6	-6	18	95	78
-5	-11	16	692	661	-7	-3	16	1192	-1107	0	2	16	62	-1	-2	-6	18	512	495
-3	-11	16	248	257	-5	-3	16	76	-91	-9	3	16	32	46	-7	-5	18	280	245
-6	-10	16	143	113	-3	-3	16	401	-395	-7	3	16	438	445	-8	-4	18	503	480
-4	-10	16	129	-117	-1	-3	16	1091	-1061	-5	3	16	36	-19	-3	-5	18	562	543
-2	-10	16	153	158	1	-3	16	117	77	-3	3	16	160	-177	-1	-5	18	426	400
-2	4	18	298	-473	-5	5	18	98	225	-3	5	18	102	-206	-6	6	18	76	106
-7	5	18	85	-119	-2	7	18	285	-473	-3	5	18	102	-206	-6	6	18	76	106

TABLE C.12.2

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MO B-REFLEXE

PAGE 1

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC				
1-18	1	120	-115	1	384	-381	4	-7	1	236	-246	0	-3	1	238	-191	9	0	1	60	-62		
2-17	1	265	-258	2-11	1	120	126	6	-7	1	109	94	2	-3	1	105	76	-10	1	129	128		
0-17	1	85	-114	4-11	1	231	-234	8	-7	1	45	-37	4	-3	1	116	-91	-8	1	1	92	-85	
2-17	1	288	-280	8-11	1	190	-192	-9	-6	1	274	280	6	-3	1	155	155	-6	1	1	251	262	
-3-16	1	40	-47	-5-10	1	81	-111	-7	-6	1	430	-457	8	-3	1	146	-151	-4	1	1	112	69	
1-16	1	237	-224	-3-10	1	344	-343	-5	-6	1	156	178	10	-3	1	146	179	-2	1	1	70	38	
3-16	1	185	189	1-10	1	264	-266	-3	-6	1	140	-168	-9	-2	1	234	-263	2	1	1	81	30	
-5-16	1	147	-134	3-10	1	58	-57	-1	-6	1	83	-80	-7	-2	1	253	259	4	1	1	87	-43	
4-15	1	81	102	5-10	1	288	-302	1	-6	1	338	-332	-5	-2	1	165	-161	6	1	1	129	-155	
-2-15	1	331	311	7-10	1	100	99	5	-6	1	42	-11	-3	-2	1	123	-115	8	1	1	71	-6	
0-15	1	180	161	-8	-9	1	96	-69	7	-6	1	327	-340	-1	-2	1	272	238	10	1	1	101	-116
2-15	1	297	297	-6	-9	1	246	284	9	-6	1	127	138	1	-2	1	297	237	-9	2	1	231	247
-5-14	1	316	312	-4	-9	1	24	0	-10	-5	1	82	10	3	-2	1	80	53	-7	2	1	106	-57
-3-14	1	180	-145	-2	-9	1	179	187	-6	-5	1	97	28	5	-2	1	53	-39	-5	2	1	190	199
-1-14	1	291	286	0	-9	1	231	238	-4	-5	1	81	46	7	-2	1	450	438	-3	2	1	157	146
1-14	1	28	-15	2	-9	1	261	269	-2	-5	1	256	267	9	-2	1	130	-136	-1	2	1	125	-104
3-14	1	15	29	4	-9	1	86	-46	0	-5	1	190	-172	-10	-1	1	77	-16	1	2	1	232	-180
5-14	1	144	150	6	-9	1	377	397	2	-5	1	186	190	-8	-1	1	118	-64	7	2	1	361	-370
-6-13	1	155	-183	8	-9	1	114	-85	4	-5	1	66	-34	-6	-1	1	123	-118	9	2	1	58	82
-4-13	1	31	-33	-9	-8	1	303	305	6	-5	1	51	-58	-4	-1	1	206	-173	-8	3	1	146	-150
-2-13	1	137	135	-7	-8	1	89	-67	-9	-4	1	65	71	-2	-1	1	99	43	-6	3	1	174	176
0-13	1	463	-461	-5	-8	1	199	214	-9	-4	1	51	-30	0	-1	1	113	-92	-2	3	1	224	-187
2-13	1	212	221	-3	-8	1	211	210	-5	-4	1	192	173	2	-1	1	123	76	0	3	1	193	164
4-13	1	221	-207	-1	-8	1	371	367	-3	-4	1	151	-157	4	-1	1	40	-62	2	3	1	60	7
-5-12	1	273	262	3	-8	1	473	478	-1	-4	1	76	84	6	-1	1	245	237	4	3	1	72	-36
-3-12	1	317	-308	5	-8	1	102	103	1	-4	1	112	-79	8	-1	1	44	-68	8	3	1	106	144
-1-12	1	252	265	7	-8	1	46	53	3	-4	1	116	-80	10	-1	1	159	204	-7	4	1	25	-71
3-12	1	50	53	9	-8	1	246	242	5	-4	1	128	-123	-7	0	1	92	-117	-5	4	1	246	-248
7-12	1	121	-101	-8	-7	1	154	-179	7	-4	1	10	-30	-7	0	1	59	50	-3	4	1	134	128
-8-11	1	129	77	-6	-7	1	67	109	9	-4	1	133	-137	-5	0	1	41	-46	-1	4	1	102	-136
-6-11	1	53	-16	-4	-7	1	194	-204	-8	-3	1	131	134	1	0	1	44	39	7	3	4	151	-15
-4-11	1	92	-117	-2	-7	1	158	-148	-6	-3	1	128	-106	3	0	1	38	7	3	4	1	118	113
-2-11	1	88	-109	0	-7	1	251	-247	-4	-3	1	106	-92	5	0	1	57	-20	5	4	1	103	123
				2	-7	1	84	-69	-2	-3	1	220	203	7	0	1	64	50	7	4	1	30	-77

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MD 8-REFLEXE

PAGE 2

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
9	4	1	149	222	-2	9	1	242	227	4	13	1	125	-120	-1	14	3	139	116
-8	5	1	86	-64	0	9	1	216	-185	6	13	1	62	11	1	14	3	23	21
-6	5	1	225	-231	0	9	1	108	-152	-7	14	1	205	191	3	14	3	54	-30
-2	5	1	270	-272	4	9	1	168	173	-5	14	1	73	-110	-6	13	3	168	190
0	5	1	48	39	-3	14	1	199	-223	-3	14	1	290	283	-2	13	3	76	47
2	5	1	115	-78	8	9	1	87	68	1	14	1	95	97	0	13	3	72	-26
6	5	1	121	129	-9	10	1	222	-210	3	14	1	101	44	4	13	3	168	193
-9	6	1	183	-197	-7	10	1	83	-103	5	14	1	103	118	2	13	3	288	-319
-7	6	1	198	195	-5	10	1	206	-226	-6	15	1	105	12	6	13	3	214	232
-5	6	1	203	-200	-1	10	1	309	-296	-4	15	1	158	129	-7	12	3	24	69
-3	6	1	198	187	1	10	1	213	202	-2	15	1	91	82	-5	12	3	26	-57
-1	6	1	131	-150	3	10	1	274	-285	0	15	1	56	99	-3	12	3	77	42
1	6	1	179	163	5	10	1	230	237	2	15	1	30	-46	-1	12	3	57	65
5	6	1	27	6	7	10	1	50	-66	4	15	1	209	210	1	12	3	198	-200
7	6	1	26	85	-8	11	1	248	-260	-5	16	1	120	-118	3	-12	3	102	-122
-8	7	1	213	204	-6	11	1	161	182	-1	16	1	348	-339	5	-12	3	79	90
-6	7	1	81	-86	-4	11	1	192	-200	1	16	1	118	122	7	-12	3	316	-328
-4	7	1	125	126	-2	11	1	73	-83	3	16	1	222	-234	-8	-11	3	302	-397
-2	7	1	255	265	0	11	1	46	57	-4	17	1	404	-434	-6	-11	3	190	242
0	7	1	65	15	2	11	1	85	48	-2	17	1	85	46	-4	-11	3	205	-227
4	7	1	184	212	4	11	1	20	-48	0	17	1	170	-172	-2	-11	3	24	-20
8	7	1	67	-101	-7	12	1	215	222	2	17	1	341	-313	0	-11	3	166	-159
-9	8	1	104	-78	-5	12	1	234	-213	-2	17	3	357	332	2	-11	3	269	273
-7	8	1	237	240	3	12	1	334	342	0	17	3	138	-144	4	-11	3	125	-145
-5	8	1	170	159	-1	12	1	100	-73	2	17	3	250	252	6	-11	3	110	83
-3	8	1	136	166	1	12	1	98	45	-3	16	3	146	-142	-7	-10	3	245	-350
-1	8	1	137	-135	3	12	1	112	-89	-1	16	3	61	-69	-3	-10	3	121	-119
1	8	1	329	326	5	12	1	164	147	1	16	3	189	175	-1	-10	3	133	-109
3	8	1	310	-307	7	12	1	201	-228	3	16	3	134	-132	1	-10	3	68	64
5	8	1	84	31	-6	13	1	104	37	4	15	3	198	-168	5	-10	3	228	239
7	8	1	47	-21	-4	13	1	192	197	-2	15	3	155	160	7	-10	3	75	-93
-8	9	1	30	134	0	13	1	249	-244	0	15	3	255	-250	-8	-9	3	130	-169
-6	9	1	133	134	4	15	3	123	134	4	15	3	141	-156	-6	-9	3	241	259
-4	9	1	306	-294	-3	14	3	94	84	-3	14	3	70	27	-4	-9	3	275	-309

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO MD 8-REFLEXE

PAGE 4

H	K	L	IOFC	H	K	L	IOFC	H	K	L	IOFC	H	K	L	IOFC	H	K	L	IOFC		
1-16	5	89	96	-7-10	5	122	-115	-7-6	5	420	441	-7-2	5	162	-160	6	1	5	44	-20	
3-16	5	100	-123	-5-10	5	129	97	-5-6	5	314	-335	-5-2	5	344	354	8	1	5	57	-46	
4-15	5	205	-208	-3-10	5	214	217	-3-6	5	254	243	-3-2	5	157	133	-11	2	5	285	-265	
-2-15	5	189	-214	-1-10	5	172	-151	-1-6	5	66	-84	-1-2	5	248	-232	-9	2	5	193	-173	
0-15	5	232	-241	1-10	5	288	295	1-6	5	228	209	1-2	5	148	166	-7	2	5	90	93	
2-15	5	115	-95	5-10	5	201	202	3-6	5	361	-369	3-2	5	109	125	-5	2	5	480	-488	
4-15	5	183	-181	7-10	5	62	8	3-6	5	306	324	3-2	5	53	-109	-3	2	5	136	118	
5-14	5	88	-84	-8-9	5	195	-212	7-6	5	120	-113	7-2	5	99	-77	-1	2	5	32	-33	
-3-14	5	77	65	-6-9	5	162	-176	-10-5	5	133	84	-10-1	5	173	165	1	2	5	37	42	
-1-14	5	183	-167	-4-9	5	240	-238	-8-5	5	254	-224	-8-1	5	127	109	3	2	5	215	-223	
1-14	5	124	112	-2-9	5	134	-125	-6-5	5	121	133	-6-1	5	420	421	5	2	5	146	182	
3-14	5	227	-232	0-9	5	384	-398	-4-5	5	304	-317	-4-1	5	164	147	7	2	5	65	-5	
5-14	5	91	80	2-9	5	30	7	-2-5	5	106	74	-2-1	5	338	339	-10	3	5	122	70	
-6-13	5	293	330	4-9	5	235	-244	0-5	5	122	-84	0-1	5	164	154	-8	3	5	79	99	
-4-13	5	248	-263	-9-8	5	112	-133	2-5	5	112	-134	2-1	5	299	298	-6	3	5	264	-268	
-2-13	5	217	231	-7-8	5	153	116	4-5	5	55	58	4-1	5	78	-13	-4	3	5	261	254	
2-13	5	48	-88	-5-8	5	81	-131	6-5	5	116	-87	6-1	5	88	67	-2	3	5	76	-93	
4-13	5	133	89	-3-8	5	77	-31	8-5	5	74	44	8-1	5	53	-7	0	3	5	63	-31	
-7-12	5	65	-123	-1-8	5	196	-193	-9-4	5	111	-91	-11	0	5	169	161	2	3	5	101	-85
-5-12	5	51	-33	1-8	5	111	88	-5-4	5	338	-342	-7	0	5	83	-66	4	3	5	28	0
-3-12	5	199	186	3-8	5	367	-376	-3-4	5	277	246	-5	0	5	102	96	6	3	5	67	-78
-1-12	5	367	-369	5-8	5	178	181	-1-4	5	285	-290	-3	0	5	27	-60	8	3	5	24	-68
1-12	5	192	165	7-8	5	249	-266	1-4	5	200	192	-1	0	5	163	-151	-11	4	5	98	79
3-12	5	122	-94	-10-7	5	257	310	3-4	5	144	-148	1	0	5	22	-61	-9	4	5	55	56
5-12	5	49	-36	-8-7	5	59	-77	5-4	5	176	152	3	0	5	64	60	-7	4	5	320	326
-8-11	5	71	39	-6-7	5	302	320	7-4	5	52	14	5	0	5	117	-43	-3	4	5	135	112
-6-11	5	177	215	4-7	5	136	130	-8-3	5	195	-176	7	0	5	92	-79	-1	4	5	101	115
-4-11	5	143	-137	-2-7	5	275	291	-4-3	5	270	-259	-10	1	5	124	-103	1	4	5	170	178
-2-11	5	407	418	0-7	5	146	154	0-3	5	212	-213	-8	1	5	215	-195	3	4	5	231	-245
0-11	5	53	59	2-7	5	182	186	2-3	5	83	90	-6	1	5	189	-192	5	4	5	200	179
2-11	5	171	155	4-7	5	124	109	4-3	5	180	-149	4	1	5	319	-304	7	4	5	34	-3
4-11	5	136	120	6-7	5	124	-105	6-3	5	47	36	-2	1	5	184	-182	-10	5	5	82	79
6-11	5	148	153	8-7	5	111	64	-11-2	5	237	264	0	1	5	130	-94	-8	5	5	334	315
-9-10	5	52	69	-9-6	5	98	-74	-9-2	5	96	92	2	1	5	249	-261	-6	5	5	92	79

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MQ B-REFLEXE

PAGE 5

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-4	5	5	434	427	-2	9	5	104	-129	4	13	5	125	98	-7	-12	7	78	51
-2	5	5	257	263	0	9	5	420	413	-7	14	5	148	-97	-5	-12	7	57	-27
2	5	5	394	392	2	9	5	211	-211	-5	14	5	158	-174	-3	-12	7	83	-79
6	5	5	80	20	4	9	5	141	99	-5	14	5	391	-383	-1	-12	7	69	-70
8	5	5	91	133	6	9	5	74	73	-1	14	5	94	-80	1	-12	7	209	242
-9	6	5	95	-54	-9	10	5	317	318	1	14	5	205	-211	3	-12	7	180	-186
-5	6	5	248	248	-7	10	5	194	199	3	14	5	188	-160	5	-12	7	165	171
-3	6	5	176	-177	-5	10	5	87	134	-6	15	5	218	-207	-8	-11	7	145	106
-1	6	5	164	155	-3	10	5	334	349	-4	15	5	124	-114	-4	-11	7	231	213
1	6	5	72	-53	-1	10	5	96	78	-2	15	5	93	-102	-2	-11	7	105	106
3	6	5	60	94	1	10	5	70	84	0	15	5	83	-41	2	-11	7	101	-88
7	6	5	96	-28	3	10	5	160	130	2	15	5	137	-121	4	-11	7	207	221
-10	7	5	410	-403	5	10	5	136	-94	-5	16	5	151	125	6	-11	7	159	-196
-8	7	5	179	-158	-3	11	5	165	164	-3	16	5	242	245	-7	-10	7	420	454
-6	7	5	118	-102	-6	11	5	93	-115	-1	16	5	244	238	-5	-10	7	128	-94
-4	7	5	467	-455	-4	11	5	437	444	-2	17	5	136	-128	-3	-10	7	364	374
-2	7	5	248	-254	-2	11	5	147	-136	-2	17	5	107	-35	-1	-10	7	52	62
0	7	5	215	-208	0	11	5	249	230	0	17	7	145	137	1	-10	7	300	340
2	7	5	197	-197	2	11	5	72	-69	-3	-16	7	338	342	3	-10	7	76	-74
4	7	5	163	-135	4	11	5	156	158	-1	-16	7	71	-35	5	-10	7	210	213
6	7	5	58	-66	6	11	5	42	-26	1	-16	7	107	124	-6	-9	7	60	-105
-9	8	5	150	-149	-7	12	5	118	100	-6	-15	7	113	147	-4	-9	7	109	87
-7	8	5	391	-390	-5	12	5	93	36	0	-15	7	26	55	-2	-9	7	121	-129
-5	8	5	226	-226	-3	12	5	75	-78	2	-15	7	32	-41	0	-9	7	214	184
-3	8	5	197	-204	-1	12	5	59	89	-7	-14	7	151	-143	2	-9	7	239	-265
-1	8	5	193	-181	1	12	5	140	137	-5	-14	7	91	-77	4	-9	7	236	248
1	8	5	318	-304	3	12	5	75	-68	-3	-14	7	48	-41	6	-9	7	119	92
3	8	5	222	-224	5	12	5	111	68	3	-14	7	265	-281	-9	-8	7	166	-170
5	8	5	205	-200	-8	13	5	179	189	3	-14	7	138	-149	-7	-8	7	33	20
7	8	5	52	-9	-6	13	5	354	-358	-6	-13	7	33	-67	-5	-8	7	556	-576
-10	9	5	18	-54	-4	13	5	152	144	-4	-13	7	83	-86	-3	-8	7	166	145
-8	9	5	50	4	-2	13	5	30	-18	-2	-13	7	18	-33	-1	-8	7	490	-496
-6	9	5	134	131	0	13	5	196	-199	0	-13	7	140	-159	1	-8	7	63	-58
-4	9	5	86	83	2	13	5	66	-20	4	-13	7	71	-28	3	-8	7	218	-203

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MO B-REFLEXE

PAGE 7

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
3-10	9	68	36		-4	-1	9	314	-323	-2	3	9	66	30	2	7	9	202	181					
5-10	9	63	-58		-2	-1	9	460	-457	0	3	9	223	209	4	7	9	292	280					
-8-9	9	176	194		0	1	9	216	-224	2	3	9	42	23	-9	8	9	410	418					
-6-9	9	231	267		2	-1	9	297	-282	4	3	9	81	10	-7	8	9	204	210					
-4-9	9	166	147		6	-1	9	260	-256	6	3	9	203	154	-5	8	9	171	193					
-2-9	9	168	172		-11	0	9	221	-196	-11	4	9	130	151	-3	8	9	219	209					
0-9	9	300	312		-9	0	9	65	47	-9	4	9	317	-309	-1	8	9	330	356					
4-9	9	260	285		-9	0	9	63	90	-7	4	9	159	-180	1	8	9	66	34					
-9-8	9	172	-194		-7	0	9	277	-294	-5	4	9	72	62	3	8	9	31	38					
-7-8	9	76	7		-5	0	9	252	263	-3	4	9	240	-247	5	8	9	264	241					
-5-8	9	232	-252		-3	0	9	131	123	-1	4	9	258	-275	-10	9	9	140	140					
-3-8	9	51	58		-1	0	9	94	-76	3	4	9	99	-86	-8	9	9	98	-129					
-1-8	9	159	-170		1	0	9	109	86	5	4	9	247	-223	-6	9	9	121	-110					
1-8	9	64	36		3	0	9	128	86	3	4	9	404	-385	-4	9	9	171	155					
3-8	9	60	26		5	0	9	190	185	-10	5	9	190	-184	-2	9	9	202	-199					
5-8	9	51	-64		-10	1	9	274	246	-6	5	9	315	-311	2	9	9	118	109					
-10-7	9	173	-202		-8	1	9	513	508	-2	5	9	599	-592	4	9	9	129	-126					
-6-7	9	444	-435		-6	1	9	101	105	-4	5	9	184	-191	-9	10	9	204	-211					
-4-7	9	52	-85		-2	1	9	35	12	0	5	9	371	-387	-7	10	9	75	-57					
-2-7	9	384	-399		-2	0	9	348	345	2	5	9	377	-359	-5	10	9	114	-108					
0-7	9	84	-58		2	1	9	104	92	4	5	9	85	-42	-3	10	9	268	-288					
2-7	9	330	-341		2	0	9	69	49	6	5	9	219	-210	-1	10	9	93	79					
4-7	9	84	77		4	1	9	53	78	-9	6	9	103	105	1	10	9	149	-165					
6-7	9	95	-97		6	1	9	434	424	-7	6	9	237	-237	3	10	9	57	-88					
-9-6	9	259	-257		-11	2	9	77	-6	-5	6	9	107	-127	-6	11	9	123	-135					
-7-6	9	52	-44		-7	2	9	260	249	-3	6	9	70	54	-4	11	9	137	-145					
-5-6	9	9	48		-5	2	9	28	3	-3	6	9	151	-162	-2	11	9	78	-76					
-3-6	9	81	-33		-1	2	9	612	-624	-1	2	9	73	35	0	11	9	216	-205					
-1-6	9	133	-138		1	2	9	202	-186	1	2	9	309	298	-7	12	9	146	-145					
1-6	9	114	117		3	2	9	74	17	-8	7	9	80	135	-3	12	9	153	-112					
3-6	9	42	-35		5	-2	9	105	-50	-10	3	9	269	268	1	12	9	179	-172					
5-6	9	84	-130		-10	-1	9	371	-368	-8	3	9	207	192	1	12	9	120	-102					
-10-5	9	132	151		-8	3	9	91	94	-4	7	9	296	328	3	12	9	37	27					
-8-5	9	230	195		-6	-1	9	483	-490	-4	3	9	157	158	-6	13	9	186	177					

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-4	13	9	194	-204	-8	-9	11	162	172	-11	0	11	111	69	-3	4	11	374	-384
-2	13	9	243	252	-6	-9	11	103	-76	-9	0	11	99	-81	-1	4	11	25	35
0	13	9	63	62	-4	-9	11	133	137	-7	0	11	10	-64	1	4	11	214	-207
2	13	9	43	18	-2	-9	11	89	-96	-3	0	11	20	-74	3	4	11	194	-166
-5	14	9	364	374	-9	-8	11	75	-109	-1	0	11	74	-80	-8	5	11	120	-154
-3	14	9	264	266	-7	-8	11	204	209	1	0	11	99	-79	-6	5	11	329	-340
-1	14	9	168	157	-5	-8	11	273	256	3	0	11	102	91	-4	5	11	90	43
-1	14	9	229	211	-8	-7	11	61	121	5	0	11	194	-196	-2	5	11	158	-168
-4	15	9	85	-43	-6	-7	11	95	-144	-10	1	11	176	-174	0	5	11	132	-114
-2	15	9	99	103	-4	-7	11	189	181	-8	1	11	151	151	2	5	11	72	56
-4	-15	11	85	55	-7	-6	11	117	114	-4	1	11	51	-20	4	5	11	54	64
-5	-14	11	44	-8	-5	-6	11	145	-138	-2	1	11	77	-37	-9	6	11	96	63
-3	-14	11	101	117	-10	-5	11	132	94	0	1	11	76	99	-7	6	11	78	65
-1	-14	11	218	199	-6	-5	11	248	-265	2	1	11	102	-104	-5	6	11	182	178
-6	-13	11	89	97	-11	-4	11	118	-98	4	1	11	57	14	-1	6	11	166	198
-2	-13	11	114	92	-7	-4	11	71	-80	-11	2	11	58	72	1	6	11	152	153
0	-13	11	20	76	-10	-3	11	100	-92	-9	2	11	115	120	-10	7	11	88	-98
2	-13	11	85	-18	-8	-3	11	181	169	-7	2	11	106	78	-8	7	11	410	393
-5	-12	11	40	71	-6	-3	11	250	-230	-5	2	11	135	117	-6	7	11	17	48
-3	-12	11	102	160	-11	-2	11	127	130	-3	2	11	135	123	-4	7	11	76	124
-1	-12	11	60	-26	-9	-2	11	73	-36	-1	2	11	151	137	-2	7	11	159	200
1	-12	11	29	-21	-7	-2	11	69	-25	1	2	11	76	-47	0	7	11	64	-2
3	-12	11	134	113	-5	-2	11	217	218	3	2	11	131	131	2	7	11	151	147
-8	-11	11	75	21	-3	-2	11	93	-63	5	2	11	96	-72	-9	8	11	267	267
-6	-11	11	205	-187	-1	-2	11	207	201	-10	3	11	319	314	-5	8	11	29	-36
-4	-11	11	88	-91	1	-2	11	47	42	-8	3	11	147	-109	-3	8	11	149	192
-2	-11	11	129	-168	3	-2	11	199	178	-4	3	11	248	237	-1	8	11	125	-160
0	-11	11	52	18	5	-2	11	55	-2	-2	3	11	139	-124	1	8	11	99	-23
2	-11	11	120	-147	-10	-1	11	497	-485	0	3	11	67	58	3	8	11	75	80
-9	-10	11	142	-214	-8	-1	11	318	312	2	3	11	96	-132	-8	9	11	94	-71
-7	-10	11	258	-280	-6	-1	11	132	-132	4	3	11	126	124	-6	9	11	184	195
-5	-10	11	55	-16	-2	-1	11	46	-27	-11	4	11	86	-63	0	9	11	148	-182
-3	-10	11	298	-223	0	-1	11	204	215	-9	4	11	158	-156	0	9	11	62	119
-1	-10	11	209	-235	2	-1	11	65	65	-7	4	11	84	-111	2	9	11	110	-60

MO	B-REFLEXE
AN100	MO
MO	B-REFLEXE

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
-4	-3	15	162	-150	-3	2	15	195	-321	-6	-9	17	39	120	-7	-2	17	303	-300
-4	-3	15	200	161	1	2	15	224	-210	-4	-9	17	88	73	-5	-2	17	179	-175
0	-3	15	149	-136	-10	3	15	167	-170	-2	-9	17	172	180	-3	-2	17	285	-270
2	-3	15	95	76	-8	3	15	67	27	-7	-8	17	112	-142	-1	-2	17	228	-219
-9	-2	15	232	236	-6	3	15	36	-109	-5	-8	17	163	-134	1	-2	17	156	-115
-7	-2	15	121	-141	-4	3	15	62	-110	-3	-8	17	172	-135	-8	-1	17	231	-210
-5	-2	15	96	90	0	3	15	38	-31	-1	-8	17	151	-126	-6	-1	17	213	-187
-3	-2	15	73	-72	-9	4	15	203	219	-8	-7	17	156	-132	-4	-1	17	387	-387
-1	-2	15	86	-62	-7	4	15	115	128	-6	-7	17	223	-232	-2	-1	17	134	-100
-10	-1	15	220	214	-5	4	15	205	352	-4	-7	17	289	-294	0	-1	17	245	-247
-8	-1	15	44	-55	-3	4	15	82	93	-2	-7	17	93	-93	-9	0	17	134	145
-6	-1	15	247	248	-1	4	15	154	184	0	-7	17	227	-212	-7	0	17	234	-215
-2	-1	15	165	168	1	4	15	214	175	-7	-6	17	89	-103	-5	0	17	89	75
0	-1	15	48	-117	-8	5	15	256	423	-5	-6	17	208	-202	-3	0	17	48	16
2	-1	15	208	225	-6	5	15	114	235	-3	-6	17	84	-69	-1	0	17	108	-72
-9	0	15	305	314	-2	5	15	150	303	-1	-6	17	117	-119	-8	1	17	77	46
-7	0	15	170	-135	0	5	15	71	58	-8	-5	17	165	-151	-6	1	17	115	-142
-5	0	15	123	137	-7	6	15	81	-158	-6	-5	17	204	188	-5	1	17	238	212
-3	0	15	81	73	-7	6	15	70	28	-4	-5	17	36	10	-2	1	17	260	229
-1	0	15	171	143	-3	6	15	78	-30	-2	-5	17	146	106	-7	2	17	142	112
1	0	15	37	1	-1	6	15	83	-155	0	-5	17	111	-64	-5	2	17	167	150
3	0	15	137	136	1	6	15	57	40	-9	-4	17	279	271	-3	2	17	261	281
-10	1	15	62	82	-8	7	15	125	-305	-7	-4	17	291	298	-1	2	17	93	69
-8	1	15	296	-292	-6	7	15	31	-55	-5	-4	17	367	342	-8	3	17	12	-2
-6	1	15	40	31	-4	7	15	112	-269	-3	-4	17	262	245	-6	3	17	210	331
-4	1	15	112	-84	0	7	15	121	-164	-1	-4	17	60	-291	-4	3	17	32	50
-2	1	15	95	-79	-3	8	15	107	-106	-8	-3	17	288	297	-2	3	17	228	263
0	1	15	158	-161	-2	9	15	58	-124	-6	-3	17	145	117	-9	4	17	140	-147

TABLE C.12.3

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR

PAGE 1

ANIOO MO C-REFLEXE

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC				
0-18	1	317	322	187	163	0-12	1	187	163	8	-8	1	484	-478	-2	-4	1	74	24				
3-17	1	168	177	172	48	2-12	1	72	48	-9	-7	1	40	72	0	-4	1	261	-239				
1-17	1	34	48	181	163	4-12	1	181	163	-7	-7	1	170	-147	2	-4	1	320	314				
1-17	1	111	63	77	-64	-7-11	1	77	-64	-5	-7	1	442	456	4	-4	1	259	-254				
3-17	1	360	344	5-11	1	63	72	3-7	1	477	-493	6	-4	1	90	95	1	144	-158				
-4-16	1	168	169	-3-11	1	192	-170	-1	1	637	642	8	-4	1	153	-121	1	175	-154				
2-16	1	329	-320	1	478	471	1	476	-477	-9	-3	1	187	227	4	0	1	138	136				
0-16	1	378	371	1-11	1	446	-443	3	-7	577	582	-7	-3	1	293	-301	1	95	51				
2-16	1	293	-309	3-11	1	648	636	5	-7	536	-531	-5	-3	1	349	380	1	128	128				
4-16	1	242	248	5-11	1	110	-118	7	-7	418	415	-5	-3	1	593	-605	1	115	109				
-5-15	1	41	33	7-11	1	380	414	9	-7	161	-178	-1	-3	1	686	700	1	59	34				
-3-15	1	193	-185	-8-10	1	255	278	-8	-6	1	270	331	1	-3	1	719	-698	1	91	117			
-1-15	1	87	-44	-6-10	1	364	-378	-6	-6	1	344	-370	3	-3	1	461	459	1	136	128			
1-15	1	294	-293	-4-10	1	177	164	-4	-6	1	508	528	5	-3	1	119	-100	1	183	153			
3-15	1	71	-5	-2-10	1	253	-252	-2	-6	1	275	-258	-10	-2	1	101	-78	1	101	-65			
5-15	1	510	-522	0-10	1	395	389	0	-6	1	172	150	1	206	-217	3	1	254	-248				
-6-14	1	191	-187	2-10	1	187	-180	2	-6	1	235	243	-6	-2	1	23	-45	5	1	101	-116		
-4-14	1	409	387	4-10	1	173	179	4	-6	1	198	-189	-4	-2	1	182	-185	7	1	174	-170		
-2-14	1	350	-342	6-10	1	318	320	6	-6	1	226	232	-2	-2	1	80	-28	9	1	96	-54		
0-14	1	103	127	8-10	1	200	-173	8	-6	1	114	-142	0	-2	1	225	-216	1	428	415			
2-14	1	242	-220	-7	-9	1	115	-146	-9	-5	1	196	259	2	-2	1	308	298	-4	2	1	346	329
4-14	1	32	-39	-5	-9	1	181	152	-7	-5	1	169	-189	4	-2	1	97	-103	-2	2	1	220	203
6-14	1	422	-442	-3	-9	1	520	-515	-5	-5	1	470	465	6	-2	1	135	115	0	2	1	179	179
-7-13	1	38	32	1	-9	1	492	488	-3	-5	1	372	-399	8	-2	1	34	77	2	2	1	621	-596
-5-13	1	138	168	1	-9	1	912	-895	-1	-5	1	514	526	10	-2	1	99	-28	4	2	1	63	64
-3-13	1	131	-133	3	-9	1	513	523	1	-5	1	520	-510	-9	-1	1	128	-82	6	2	1	225	-224
-1-13	1	277	245	5	-9	1	519	-510	3	-5	1	266	284	-7	-1	1	398	-400	8	2	1	230	-253
1-13	1	200	-198	-8	-8	1	200	281	5	-5	1	461	-463	-5	-1	1	210	216	-9	3	1	192	181
3-13	1	283	274	-6	-8	1	288	-289	7	-5	1	335	345	-3	-1	1	681	-686	-7	3	1	237	260
5-13	1	331	-336	-4	-8	1	322	325	9	-5	1	317	-337	-1	-1	1	506	-501	-5	3	1	160	-152
-7-13	1	417	424	-2	-8	1	513	-511	-10	-4	1	124	-147	3	-1	1	387	-379	-3	3	1	523	522
6-12	1	369	-364	0	-8	1	356	342	-8	-4	1	279	284	3	-1	1	543	530	-1	3	1	262	-275
-4-12	1	312	328	2	-8	1	392	-377	-6	-4	1	230	-227	5	-1	1	37	83	1	3	1	276	278
-2-12	1	150	-143	4	-8	1	255	-242	-4	-4	1	291	268	7	-1	1	69	49	3	3	1	411	-397

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MO C-REFLEXE

PAGE 2

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
5	3	1	118	96	-5	7	1	250	-266	-7	11	1	354	370	2	16	1	212	-201
7	3	1	95	-85	-3	7	1	150	148	-5	11	1	298	-311	-3	17	1	71	-81
9	3	1	122	-130	-1	7	1	399	-385	-3	11	1	404	402	-1	17	1	147	147
-10	4	1	129	138	1	7	1	251	261	-1	11	1	216	-210	-1	17	3	119	-93
-8	4	1	93	-69	3	7	1	76	-40	1	11	1	56	79	1-17	3	64	103	302
-6	4	1	49	19	3	7	1	88	-83	5	11	1	113	-95	3-17	3	79	19	472
-4	4	1	183	179	7	7	1	100	114	-8	12	1	216	212	-4-16	3	102	128	5-11
-2	4	1	241	-232	9	7	1	108	-150	-6	12	1	270	-270	0-16	3	62	-40	326
0	4	1	411	402	-8	8	1	83	55	-4	12	1	499	499	2-16	3	41	33	317
2	4	1	460	-462	-6	8	1	56	-63	-2	12	1	474	-477	4-16	3	133	65	332
4	4	1	364	365	-4	8	1	167	170	0	12	1	537	517	-5-15	3	68	-9	92
6	4	1	189	-203	2	8	1	265	-248	2	12	1	502	-487	-3-15	3	145	-149	332
8	4	1	177	193	0	8	1	378	371	4	12	1	288	301	-1-15	3	236	244	332
-9	5	1	263	-244	2	8	1	425	-422	6	12	1	205	-207	1-15	3	373	-367	165
-7	5	1	101	82	4	8	1	351	367	-7	13	1	404	408	3-15	3	317	312	169
-5	5	1	386	-395	6	8	1	436	-450	-5	13	1	372	-367	5-15	3	205	-199	174
-3	5	1	168	171	8	8	1	263	337	-3	13	1	189	210	-4-14	3	55	90	571
-1	5	1	308	-305	-9	9	1	192	-225	1	13	1	114	-122	-2-14	3	32	-39	374
1	5	1	340	337	-7	9	1	234	248	3	13	1	201	202	0-14	3	46	-15	192
3	5	1	52	21	-5	9	1	250	-240	5	13	1	200	-204	2-14	3	106	-86	242
5	5	1	154	143	-3	9	1	356	349	-6	14	1	302	-311	4-14	3	39	-83	312
7	5	1	163	168	-1	9	1	317	-317	-4	14	1	349	334	6-14	3	108	-125	341
9	5	1	175	-40	1	9	1	281	274	-2	14	1	487	-476	-5-13	3	139	184	467
-8	6	1	406	-418	3	9	1	59	-99	0	14	1	300	280	-1-13	3	282	-270	260
-6	6	1	64	62	5	9	1	57	6	2	14	1	161	-150	1-13	3	577	566	240
-4	6	1	85	-37	-8	10	1	374	375	4	14	1	143	137	1-13	3	670	-668	-229
-2	6	1	543	-520	-6	10	1	281	-279	-5	15	1	278	-272	3-13	3	361	459	366
0	6	1	282	298	-4	10	1	375	373	-3	15	1	157	-126	5-13	3	326	-341	83
2	6	1	72	-96	-2	10	1	273	-277	-1	15	1	71	51	-8-12	3	112	176	166
4	6	1	320	322	0	10	1	577	561	1	15	1	154	-124	-4-12	3	187	203	104
6	6	1	280	-317	2	10	1	736	-753	3	15	1	188	198	-2-12	3	174	-168	-124
8	6	1	546	620	4	10	1	505	524	-4	16	1	196	203	0-12	3	220	210	216
-9	7	1	305	-301	6	10	1	270	-293	-2	16	1	196	-214	4-12	3	200	-190	518
-7	7	1	207	197	8	10	1	71	27	0	16	1	260	238	6-12	3	366	338	330

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-9	-7	3	229	294	2	-4	3	708	700	-10	0	3	118	-113	-1	3	3	77	81
-7	-7	3	228	-269	4	-4	3	659	-667	-8	0	3	213	-189	1	3	3	270	245
-5	-7	3	610	663	6	-4	3	472	471	-6	0	3	70	-86	3	3	3	423	-409
-3	-7	3	648	-671	8	-4	3	199	-248	-4	0	3	364	-380	5	3	3	172	-178
-1	-7	3	807	807	-9	-3	3	432	430	-2	0	3	382	389	7	3	3	102	69
1	-7	3	654	-633	-7	-3	3	560	-557	0	0	3	404	-406	9	3	3	332	-360
3	-7	3	275	262	-5	-3	3	385	414	2	0	3	302	303	-10	4	3	111	109
5	-7	3	307	-327	-3	-3	3	441	-469	4	0	3	98	87	-6	4	3	270	263
7	-7	3	48	16	-1	-3	3	430	441	6	0	3	197	200	-2	4	3	41	-20
-10	-6	3	37	-88	1	-3	3	365	-363	8	0	3	86	-58	0	4	3	128	121
-8	-6	3	76	12	3	-3	3	258	261	-9	1	3	51	80	2	4	3	28	-95
-6	-6	3	253	304	5	-3	3	48	42	-7	1	3	105	-96	6	4	3	131	-125
-4	-6	3	233	-229	7	-3	3	100	-157	-5	1	3	305	292	8	4	3	82	102
-2	-6	3	593	601	9	-3	3	181	236	-3	1	3	233	-319	-7	5	3	199	-178
0	-6	3	752	-733	-10	-2	3	67	-92	-1	1	3	112	58	-3	5	3	106	-95
2	-6	3	829	817	-8	-2	3	148	138	1	1	3	146	-133	-1	5	3	121	85
4	-6	3	599	-608	-6	-2	3	182	-166	3	1	3	9	-47	1	5	3	109	-94
6	-6	3	203	209	-4	-2	3	210	-203	5	1	3	63	125	3	5	3	133	85
-9	-5	3	102	-91	0	-2	3	339	-356	7	1	3	220	239	-10	6	3	332	-324
-7	-5	3	336	-317	2	-2	3	168	179	-10	2	3	48	-54	-8	6	3	161	-136
-5	-5	3	714	721	4	-2	3	466	460	-6	2	3	527	497	-6	6	3	412	-416
-3	-5	3	791	-852	6	-2	3	373	-449	-4	2	3	22	-44	-4	6	3	172	-172
-1	-5	3	890	891	8	-2	3	373	-449	-4	2	3	225	218	-2	6	3	454	-446
1	-5	3	676	-676	-9	-1	3	347	342	0	2	3	351	-359	0	6	3	342	336
3	-5	3	326	320	-7	-1	3	467	-470	0	2	3	338	315	2	6	3	451	-445
5	-5	3	152	-151	-5	-1	3	85	89	2	2	3	400	-371	4	6	3	484	464
7	-5	3	96	86	-3	-1	3	157	-171	4	2	3	251	-237	6	6	3	58	66
-10	-4	3	130	-109	-1	-1	3	240	247	6	2	3	40	106	8	6	3	105	83
-8	-4	3	41	27	1	-1	3	323	-303	8	2	3	169	146	-9	7	3	191	-211
-6	-4	3	117	134	3	-1	3	213	233	-9	3	3	86	80	-7	7	3	45	-27
-4	-4	3	226	-237	5	-1	3	112	120	-7	3	3	503	484	-5	7	3	466	-462
-2	-4	3	369	383	7	-1	3	126	-116	-5	3	3	256	-235	-3	7	3	196	192
0	-4	3	577	-567	9	-1	3	189	231	-3	3	3			-3	7	3		

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MO C-REFLEXE

PAGE 4

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC			
1	11	3	150	-145	-1-17	5	163	143	5-11	5	153	-161	7	-7	5	539	-539	-1	-3	5	85	33
3	11	3	68	2	1-17	5	410	-419	-8-10	5	125	-138	-10	-6	5	164	198	1	-3	5	537	534
5	11	3	253	-262	-4-16	5	187	174	-6-10	5	136	165	-8	-6	5	51	24	3	-3	5	279	-282
-8	12	3	171	177	-2-16	5	157	-143	-4-10	5	350	-353	-6	-6	5	314	315	5	-3	5	386	388
-6	12	3	330	-313	0-16	5	41	78	-2-10	5	389	367	-4	-6	5	281	-292	-10	-2	5	163	158
-4	12	3	151	167	2-16	5	134	72	0-10	5	485	-472	-2	-6	5	736	749	-8	-2	5	549	-546
-2	12	3	376	-364	-5-15	5	91	141	2-10	5	588	587	0	-6	5	961	-959	-6	-2	5	520	506
0	12	3	235	237	-1-15	5	310	296	4-10	5	355	-357	2	-6	5	527	513	-4	-2	5	945	-959
2	12	3	421	-405	1-15	5	133	-140	6-10	5	284	333	4	-6	5	785	-771	-2	-2	5	599	628
4	12	3	255	269	3-15	5	365	369	-9-9	5	62	68	6	-6	5	227	223	0	-2	5	255	-285
6	12	3	150	-151	-6-14	5	59	-83	-7-9	5	307	-389	8	-6	5	495	-512	2	-2	5	506	505
-7	13	3	182	-155	-4-14	5	98	146	-5-9	5	414	470	-9	-5	5	487	497	4	-2	5	80	-54
-3	13	3	219	-227	0-14	5	124	129	-3-9	5	532	-551	-7	-5	5	180	-173	6	-2	5	299	292
-1	13	3	162	170	2-14	5	70	-19	-1-9	5	504	513	-3	-5	5	128	103	-11	-1	5	164	-184
1	13	3	315	-296	-7-13	5	133	-178	1-9	5	208	232	-5	-5	5	191	178	-9	-1	5	237	219
3	13	3	252	260	-5-13	5	192	240	3-9	5	98	49	-1	-5	5	108	85	-7	-1	5	489	-476
5	13	3	288	-273	-3-13	5	104	-104	5-9	5	432	431	1	-5	5	531	-516	-5	-1	5	588	586
-4	14	3	254	253	-1-13	5	131	122	7-9	5	159	186	3	-5	5	232	230	-3	-1	5	676	-660
-2	14	3	248	-227	1-13	5	277	-260	-8-8	5	143	-210	7	-5	5	389	-459	-1	-1	5	163	-163
0	14	3	428	396	3-13	5	177	185	-6-8	5	130	143	-10	-4	5	153	133	1	-1	5	873	837
2	14	3	232	-194	5-13	5	295	-311	-4-8	5	239	-256	-8	-4	5	207	-195	3	-1	5	895	-892
4	14	3	113	143	-8-12	5	79	84	-2-8	5	369	368	-6	-4	5	431	425	5	-1	5	483	482
-5	15	3	169	147	-6-12	5	74	66	0-8	5	482	-494	-4	-4	5	725	745	7	-1	5	107	-109
-3	15	3	75	14	-4-12	5	161	-177	2-8	5	862	877	-2	-4	5	1038	1041	-10	0	5	292	288
-1	15	3	372	341	-2-12	5	236	222	4-8	5	599	-608	0	-4	5	950	-944	-8	0	5	446	-433
1	15	3	183	-179	0-12	5	284	-277	6-8	5	604	628	2	-4	5	544	541	-6	0	5	615	606
3	15	3	526	499	4-12	5	185	-168	-9-7	5	348	448	4	-4	5	288	-290	-4	0	5	648	-638
-4	16	3	295	286	6-12	5	100	77	-7-7	5	281	-318	6	-4	5	225	227	-2	0	5	582	588
-2	16	3	364	-353	-7-11	5	203	-269	-5-7	5	171	-186	-11	-3	5	142	-179	0	0	5	361	-352
0	16	3	175	140	-5-11	5	271	307	-3-7	5	164	163	8	-4	5	324	-346	2	0	5	333	330
-3	17	3	287	-287	-9-11	5	488	-512	-1-7	5	450	-453	-9	-3	5	187	171	4	0	5	275	-270
-1	17	3	178	172	-1-11	5	200	202	1-7	5	83	-70	-7	-3	5	372	366	8	0	5	86	72
1	17	3	333	-315	1-11	5	189	-183	3-7	5	46	26	-5	-3	5	420	-418	-11	1	5	177	-186
-3	-17	5	222	-224	3-11	5	118	-46	5-7	5	46	26	-3	-3	5	420	-418	-11	1	5	177	-186

AN100	MO	C-REFLEXE
1	1	1
2	2	2
3	3	3
4	4	4
5	5	5
6	6	6
7	7	7
8	8	8
9	9	9
10	10	10
11	11	11
12	12	12
13	13	13
14	14	14
15	15	15
16	16	16
17	17	17
18	18	18
19	19	19
20	20	20
21	21	21
22	22	22
23	23	23
24	24	24
25	25	25
26	26	26
27	27	27
28	28	28
29	29	29
30	30	30
31	31	31
32	32	32
33	33	33
34	34	34
35	35	35
36	36	36
37	37	37
38	38	38
39	39	39
40	40	40
41	41	41
42	42	42
43	43	43
44	44	44
45	45	45
46	46	46
47	47	47
48	48	48
49	49	49
50	50	50
51	51	51
52	52	52
53	53	53
54	54	54
55	55	55
56	56	56
57	57	57
58	58	58
59	59	59
60	60	60
61	61	61
62	62	62
63	63	63
64	64	64
65	65	65
66	66	66
67	67	67
68	68	68
69	69	69
70	70	70
71	71	71
72	72	72
73	73	73
74	74	74
75	75	75
76	76	76
77	77	77
78	78	78
79	79	79
80	80	80
81	81	81
82	82	82
83	83	83
84	84	84
85	85	85
86	86	86
87	87	87
88	88	88
89	89	89
90	90	90
91	91	91
92	92	92
93	93	93
94	94	94
95	95	95
96	96	96
97	97	97
98	98	98
99	99	99
100	100	100

[illegible]

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
-2	-8	7	670	679	0	-4	7	434	-435	-8	0	7	288	-276	7	3	7	21	-66
0	-8	7	431	-434	2	-4	7	25	58	-6	0	7	423	419	-10	4	7	298	290
2	-8	7	571	570	4	-4	7	75	-27	-4	0	7	386	-389	-8	4	7	406	-383
4	-8	7	171	-162	6	-4	7	77	-92	-2	0	7	423	427	-6	4	7	270	271
6	-8	7	322	340	-11	-3	7	133	-167	0	0	7	420	-423	-4	4	7	264	-262
-9	-7	7	110	180	-9	-3	7	62	-23	2	0	7	315	311	-2	4	7	125	129
-7	-7	7	205	-205	-7	-3	7	104	105	4	0	7	376	-370	0	4	7	82	15
-5	-7	7	74	93	-5	-3	7	372	-358	-11	1	7	50	94	2	4	7	383	-354
-1	-7	7	326	-312	-3	-3	7	422	430	-7	1	7	189	196	4	4	7	304	292
1	-7	7	349	343	-1	-3	7	498	-505	-5	1	7	261	-263	6	4	7	227	-217
3	-7	7	332	-342	1	-3	7	665	663	-3	1	7	457	472	-11	5	7	50	6
7	-7	7	217	-237	3	-3	7	496	-483	-1	1	7	686	-683	-7	5	7	240	227
-10	-6	7	393	408	5	-3	7	703	699	1	1	7	505	510	-5	5	7	285	-279
-8	-6	7	429	-441	7	-3	7	322	-334	3	1	7	439	-433	-3	5	7	298	306
-6	-6	7	857	838	-10	-2	7	167	151	5	1	7	145	131	-1	5	7	178	-249
-4	-6	7	846	-848	-8	-2	7	502	-499	7	1	7	249	-274	1	5	7	215	182
-2	-6	7	515	519	-6	-2	7	197	205	-10	2	7	399	395	3	5	7	59	-70
0	-6	7	168	-173	-4	-2	7	432	-440	-8	2	7	414	-402	5	5	7	105	118
2	-6	7	454	-457	-2	-2	7	741	718	-6	2	7	555	543	-10	6	7	196	206
6	-6	7	115	-121	0	-2	7	785	-763	-4	2	7	466	-464	-6	6	7	165	166
-9	-5	7	312	290	2	-2	7	1087	1084	-2	2	7	339	322	-4	6	7	192	208
-7	-5	7	206	-227	4	-2	7	291	-295	0	2	7	109	119	-2	6	7	56	57
-5	-5	7	425	426	6	-2	7	192	223	2	2	7	571	-548	0	6	7	96	75
-3	-5	7	120	-131	-11	-1	7	99	-125	4	2	7	333	335	2	6	7	292	270
-1	-5	7	390	-393	-9	-1	7	279	-268	6	2	7	213	-224	2	6	7	198	-170
1	-5	7	626	614	-7	-1	7	428	435	-11	3	7	92	39	6	6	7	85	87
3	-5	7	934	-939	-5	-1	7	780	-781	-9	3	7	168	158	-9	7	7	373	-355
5	-5	7	384	388	-3	-1	7	659	669	-0	3	7	38	-104	-7	7	7	335	344
7	-5	7	374	-491	-1	-1	7	593	-586	-5	3	7	146	-134	-5	7	7	163	151
-10	-4	7	482	466	1	-1	7	659	647	-3	3	7	537	550	-3	7	7	272	-294
-8	-4	7	505	-511	3	-1	7	359	-342	-1	3	7	725	-773	-1	7	7	279	366
-6	-4	7	736	743	5	-1	7	555	573	1	3	7	302	309	1	7	7	59	59
-4	-4	7	681	-680	7	-1	7	256	-260	3	3	7	76	-97	3	7	7	175	-159
-2	-4	7	610	618	-10	0	7	317	335	5	3	7	89	-69	-10	8	7	254	-249

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MO C-REFLEXE

PAGE 7

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC		
2	12	7	51	46	1-13	9	102	-107	4	-8	9	179	172	208	-188	4	0	9	386	378	
4	12	7	132	-136	3-13	9	50	-38	6	-8	9	205	-194	9	206	214	0	9	203	-194	
-7	13	7	204	-188	-6-12	9	47	69	-9	-7	9	169	-140	9	184	-188	-11	1	9	205	196
-5	13	7	247	251	-4-12	9	49	-30	-7	-7	9	169	147	9	399	386	-9	1	9	344	-319
-1	13	7	133	174	-2-12	9	74	109	-5	-7	9	187	-173	9	577	-575	-7	1	9	485	479
1	13	7	119	-101	0-12	9	106	-126	-3	-7	9	240	246	9	714	730	-5	1	9	637	-630
3	13	7	291	252	2-12	9	283	302	-1	-7	9	292	-300	9	708	-710	-3	1	9	681	684
-6	14	7	135	-139	4-12	9	249	-268	1	-7	9	599	596	9	493	483	-1	1	9	708	-696
-4	14	7	66	-73	-7-11	9	56	-100	3	-7	9	507	-509	9	426	-412	1	1	9	488	472
-2	14	7	112	-58	-3-11	9	232	214	5	-7	9	478	486	9	212	252	3	1	9	457	-441
0	14	7	116	-84	1-11	9	182	167	-10	-6	9	119	154	9	372	370	5	1	9	46	26
2	14	7	244	226	3-11	9	136	147	-8	-6	9	73	-83	9	477	-469	-10	2	9	299	275
-5	15	7	144	151	5-11	9	174	191	-6	-6	9	108	115	9	404	397	-6	2	9	172	159
-3	15	7	529	-563	-8-10	9	387	-402	-4	-6	9	242	-243	9	33	-53	-4	2	9	125	-82
-1	15	7	332	333	-6-10	9	375	402	-2	-6	9	375	385	9	210	-205	-2	2	9	74	35
1	15	7	260	-253	-4-10	9	440	-464	0	-6	9	560	-561	9	506	498	2	2	9	466	-445
-4	16	7	22	-106	-2-10	9	161	153	2	-6	9	303	312	9	287	-291	4	2	9	356	314
-2	16	7	291	279	0-10	9	181	173	4	-6	9	79	-65	9	356	351	6	2	9	560	-525
0	16	7	307	-283	2-10	9	198	-205	6	-6	9	237	-251	9	75	-65	-11	3	9	582	554
-4	-16	9	43	-55	-4-10	9	203	199	-9	-5	9	321	-313	9	127	-142	-9	3	9	643	-609
0	-16	9	108	-106	9-9	9	82	107	-7	-5	9	534	529	9	102	90	-7	3	9	736	712
-5	-15	9	113	133	-7-9	9	164	-175	-5	-5	9	323	-316	9	884	-887	-5	3	9	264	-262
-3	-15	9	268	-258	-3-9	9	158	149	-3	-5	9	230	193	9	1417	1421	-3	3	9	214	-211
-1	-15	9	38	64	-1-9	9	392	-375	-1	-5	9	277	-291	9	1148	-1129	-1	3	9	155	134
1	-15	9	165	-155	1-9	9	192	205	1	-5	9	473	516	9	774	777	1	3	9	235	216
-6	-14	9	178	-188	3-9	9	236	-238	3	-5	9	895	-910	9	272	261	3	3	9	741	-704
-4	-14	9	135	163	5-9	9	58	69	5	-5	9	582	578	9	64	32	5	3	9	427	390
-2	-14	9	59	71	-10-8	9	169	229	-10	-4	9	247	271	9	301	311	-8	4	9	135	116
0	-14	9	483	-502	-8-8	9	242	-280	-8	-4	9	182	-176	9	451	-458	-6	4	9	151	133
-2	-14	9	417	452	-6-8	9	376	360	-6	-4	9	345	346	9	60	49	-4	4	9	159	-131
7	-13	9	71	49	-4-8	9	390	-383	-4	-4	9	280	-268	9	32	75	-2	4	9	139	145
-5	-13	9	52	-74	-2-8	9	403	398	-2	-4	9	87	64	9	321	-313	0	4	9	76	76
-3	-13	9	96	59	0-8	9	238	-237	0	-4	9	38	-51	9	255	261	2	4	9	379	-345
-1	-13	9	88	-30	2-8	9	39	17	2	-4	9	166	-139	9	219	-224	2	4	9	427	387

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO MO C-REFLEXE

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	
6	4	9	354	-319	3	9	9	87	66	-5-13	11	54	3	290	-1	1	11	154	-157	
-11	5	9	350	340	-8 10	9	103	9	175	-13 11	175	196	253	-255	3	1	11	36	3	
-9	5	9	387	-366	-4 10	9	46	12	263	-1-13	11	263	-267	384	380	2	11	54	-6	
-7	5	9	378	360	-2 10	9	83	70	152	-6-12	11	152	136	414	-410	-8	2	11	191	200
-5	5	9	323	-319	0 10	9	175	-134	72	-4-12	11	72	-87	78	-31	-6	2	11	420	-408
-3	5	9	336	340	-9 11	9	91	-66	228	-2-12	11	228	231	177	150	-4	2	11	835	834
-1	5	9	75	-74	-7 11	9	108	87	139	0-12	11	139	-172	30	-23	-2	2	11	1076	-1059
1	5	9	284	265	-5 11	9	314	310	147	2-12	11	147	144	187	191	2	2	11	389	-361
5	5	9	221	186	-3 11	9	348	-344	135	-5-11	11	135	133	220	184	-11	3	11	264	237
-8	6	9	75	-2	-1 11	9	357	342	99	-3-11	11	99	127	665	-652	-9	3	11	102	-106
-6	6	9	109	-93	1 11	9	77	-11	139	-1-11	11	139	-127	769	803	-7	3	11	615	597
-4	6	9	262	261	3 11	9	166	-135	389	1-11	11	389	416	488	459	-5	3	11	490	-492
-2	6	9	344	-359	-8 12	9	241	220	172	3-11	11	172	-169	769	759	-3	3	11	534	572
0	6	9	291	305	-6 12	9	185	176	86	-8-10	11	86	14	456	443	-1	3	11	213	-242
2	6	9	94	-75	-4 12	9	183	-147	114	-6-10	11	114	70	325	-317	1	3	11	166	-167
4	6	9	46	48	-2 12	9	412	-380	604	-4-10	11	392	-417	101	106	3	3	11	77	-17
-7	7	9	14	-3	0 12	9	116	95	342	-2-10	11	342	-336	15	29	5	3	11	187	-183
-5	7	9	528	-523	2 12	9	116	95	128	-9	-9	11	128	100	-10	4	11	206	207	
-3	7	9	665	655	-7 13	9	154	-149	60	-7	-9	11	60	-78	-8	4	11	312	316	
-1	7	9	540	-560	-5 13	9	230	198	302	-5	-9	11	302	-281	-6	4	11	420	-421	
1	7	9	131	109	-3 13	9	182	-180	47	-3	-9	11	47	-13	-4	4	11	972	1017	
3	7	9	284	255	-1 13	9	92	56	59	-10	-8	11	59	-117	-2	4	11	967	-1074	
5	7	9	295	-270	-4 14	9	277	-252	157	-8	-8	11	157	161	122	0	4	11	725	712
-8	8	9	146	-139	-2 14	9	173	125	331	-6	-8	11	331	346	127	4	11	246	-254	
-6	8	9	140	-156	0 14	9	217	-208	158	-4	-8	11	158	-163	269	2	4	11	129	-122
-4	8	9	376	347	-5 15	9	128	-131	312	-9	-7	11	312	312	177	4	4	11	406	-381
-2	8	9	505	-523	-3 15	9	39	12	299	-7	-7	11	299	312	389	-9	5	11	322	318
0	8	9	245	289	-1 15	9	109	-84	308	-5	-7	11	308	-301	506	-7	5	11	305	-302
4	8	9	230	-203	-3-15	11	89	-102	297	-10	-6	11	297	310	972	-5	5	11	139	167
-9	9	9	72	-70	-1-15	11	38	35	235	-8	-6	11	235	-244	372	-3	5	11	139	167
-9	9	9	75	19	-6-14	11	111	121	30	-9	-5	11	30	53	540	-1	5	11	50	2
-5	9	9	205	-186	-2-14	11	164	-190	278	-7	-5	11	278	270	487	1	5	11	20	-37
-1	9	9	34	-53	0-14	11	30	-12	353	-10	-4	11	353	339	487	3	5	11	128	93
1	9	9	54	11	-7-13	11	114	-113	109	-8	-4	11	109	-100	365	5	5	11	103	-78

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MD C-REFLEXE

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-6	6	13	248	-497	-7	-9	15	81	-72	-1	-3	15	339	334	2	15	116	90	-3	9	15	136	-264	
-4	6	13	126	414	-5	-9	15	46	-93	1	-3	15	303	-299	-9	3	15	103	-68	-1	9	15	127	274
-2	6	13	83	-237	-3	-9	15	487	483	-10	-2	15	292	-260	-5	3	15	138	233	-6	10	15	62	-48
0	6	13	110	181	-1	-9	15	237	-252	-8	-2	15	62	0	-3	3	15	305	-568	-4	10	15	37	-37
2	6	13	57	57	1	-9	15	329	356	-6	-2	15	92	-63	-1	3	15	418	478	-2	10	15	41	-9
-9	7	13	236	-262	-8	-8	15	183	-202	-4	-2	15	266	269	1	3	15	451	-411	-5	11	15	141	226
-7	7	13	191	253	-6	-8	15	208	187	-2	-2	15	450	-440	-10	4	15	538	-628	-4	-10	17	110	-94
-5	7	13	64	-47	-4	-8	15	37	-41	0	-2	15	697	656	-8	4	15	549	803	-3	-9	17	175	167
-3	7	13	33	-330	0	-8	15	359	340	2	-2	15	293	-292	-6	4	15	422	-803	-6	-8	17	326	-318
-1	7	13	203	687	-9	-7	15	117	-109	-9	-1	15	220	186	-2	4	15	118	209	-4	-8	17	92	101
1	7	13	437	-435	-5	-7	15	49	-51	-7	-1	15	360	-337	-2	4	15	185	315	-2	-8	17	348	341
3	7	13	367	340	-1	-7	15	144	-138	-5	-1	15	135	149	0	4	15	676	-676	-7	-7	17	173	158
-8	8	13	417	506	1	-7	15	187	178	-3	-1	15	85	-67	2	4	15	357	312	-5	-7	17	231	-226
-6	8	13	282	-641	-8	-6	15	346	320	-1	-1	15	86	69	-9	5	15	126	179	-3	-7	17	217	211
-4	8	13	86	406	-6	-6	15	399	-380	1	-1	15	191	-185	-7	5	15	73	-168	-1	-7	17	53	56
0	8	13	101	-114	-4	-6	15	276	285	3	-1	15	462	453	-5	5	15	124	319	-8	-6	17	161	-146
2	8	13	304	257	-2	-6	15	38	-70	-10	0	15	54	-79	-3	5	15	216	-464	-6	-6	17	64	28
-7	9	13	70	173	0	-6	15	331	-293	-8	0	15	182	-149	-1	5	15	219	406	-4	-6	17	179	181
-3	9	13	37	-228	-9	-5	15	229	-226	-6	0	15	84	141	1	5	15	450	-421	0	-6	17	333	327
1	9	13	251	-335	-7	-5	15	382	344	-4	0	15	316	325	-8	6	15	235	352	-2	-6	17	134	110
-8	10	13	188	306	-5	-5	15	87	-98	-2	0	15	692	-726	-6	6	15	114	-129	-7	-5	17	173	-149
-6	10	13	115	-215	-3	-5	15	297	-274	0	0	15	829	765	-4	6	15	94	244	-5	-5	17	104	-105
-4	10	13	68	171	-1	-5	15	265	249	2	0	15	499	-464	-9	7	15	195	367	-3	-5	17	225	218
-7	11	13	194	-353	1	-5	15	258	-281	-9	1	15	158	158	-7	7	15	186	-437	-1	-5	17	387	-358
-6	12	13	68	110	-10	-4	15	206	-171	-7	1	15	250	-268	-5	7	15	139	337	-8	-4	17	241	206
-4	12	13	111	-131	-8	-4	15	555	545	-5	1	15	311	374	-3	7	15	139	-271	-6	-4	17	104	112
-4	12	15	85	-17	-6	-4	15	532	-518	-3	1	15	243	-317	-1	7	15	150	378	-4	-4	17	714	-693
-2	-12	15	129	-141	-4	-4	15	314	322	-1	1	15	279	294	1	7	15	267	-250	-2	-4	17	515	491
-5	-11	15	181	-203	-2	-4	15	106	-23	1	1	15	210	-185	-8	8	15	123	-285	0	-3	17	60	-37
-3	-11	15	134	123	0	-4	15	270	-251	-10	2	15	355	-335	-6	8	15	55	188	-7	-3	17	232	215
-1	-11	15	246	-242	-9	-3	15	146	-129	-8	2	15	401	489	-4	8	15	47	107	-5	-3	17	239	-227
-6	-10	15	387	387	-7	-3	15	125	126	-6	2	15	272	-439	-2	8	15	153	-331	-1	-3	17	221	234
-4	-10	15	242	-250	-5	-3	15	121	-121	-4	2	15	207	356	0	8	15	293	518	-1	-3	17	252	-225
0	-10	15	300	296	-3	-3	15	58	-45	0	2	15	127	-133	-7	9	15	261	-324	1	-3	17	252	-225

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR														AN100 MD C-REFLEXE		H K L 10FD 10FC				H K L 10FD 10FC				H K L 10FD 10FC				PAGE 11	
-8	-2	17	317	310	-9	1	17	232	213	-1	3	17	463	482	-6	8	17	30	203	-5	-1	19	77	94	-5	-1	19	77	94
-6	-2	17	91	-112	-7	1	17	376	-368	-8	4	17	142	-145	-4	8	17	137	-458	-3	-1	19	137	-167	-3	-1	19	137	-167
-2	-2	17	220	213	-5	1	17	355	375	-6	4	17	73	134	-4	-6	19	181	-147	-6	0	19	312	-362	-6	0	19	312	-362
-9	-1	17	44	26	-3	1	17	265	-257	-4	4	17	90	166	-5	-5	19	132	160	-4	0	19	322	378	-4	0	19	322	378
-7	-1	17	405	-385	-1	1	17	188	184	-2	4	17	150	-233	-3	-5	19	85	62	-2	0	19	72	-29	-2	0	19	72	-29
-5	-1	17	404	406	-8	1	17	136	115	-7	5	17	138	-202	-6	-4	19	25	50	-7	1	19	121	-114	-7	1	19	121	-114
-3	-1	17	176	-169	-6	2	17	63	-121	-5	5	17	55	241	-4	-4	19	290	-265	-3	1	19	153	-177	-3	1	19	153	-177
-1	-1	17	103	122	-4	2	17	33	51	-3	5	17	149	-288	-7	-3	19	133	-135	-6	2	19	99	108	-6	2	19	99	108
1	-1	17	204	172	-2	2	17	101	-115	-1	5	17	456	508	-5	-3	19	180	187	-4	2	19	181	-280	-4	2	19	181	-280
-8	0	17	588	569	0	2	17	168	-186	-8	6	17	61	13	-3	-3	19	177	-157	-7	3	19	235	-294	-7	3	19	235	-294
-6	0	17	405	-402	-9	3	17	286	278	-2	6	17	86	205	-6	-2	19	172	-164	-5	3	19	214	324	-5	3	19	214	324
-4	0	17	98	-93	-7	3	17	193	-200	-7	7	17	330	-524	-4	-2	19	182	190	-3	3	19	102	-121	-3	3	19	102	-121
-2	0	17	490	453	-5	3	17	70	122	-5	7	17	294	538	-2	-2	19	93	-63	-6	4	19	407	694	-6	4	19	407	694
0	0	17	532	-482	-3	3	17	222	-366	-3	7	17	185	-339	-7	-1	19	109	83	-4	4	19	497	-743	-4	4	19	497	-743

TABLE C.12.4

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR

AN100 MD

D-REFLEXE

PAGE 1

- 117 -

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
1	0	0	37	11	1	4	0	203	204	-1	8	0	146	-143	-4	13	0	103	-33	-6	-13	2	115	79
3	0	0	60	-55	3	4	0	155	-88	1	8	0	93	99	0	13	0	41	38	-2	-13	2	176	164
5	0	0	102	25	5	4	0	118	135	3	8	0	85	-110	2	13	0	72	-72	0	-13	2	202	-149
7	0	0	116	-53	7	4	0	35	107	9	8	0	179	-184	-5	14	0	51	-47	2	-13	2	48	67
9	0	0	80	-60	9	4	0	26	44	7	8	0	75	49	-3	14	0	124	118	4	-13	2	65	-77
-10	1	0	116	98	-8	5	0	71	-70	-8	9	0	117	-125	-1	14	0	28	-53	6	-13	2	84	61
-6	1	0	243	253	-4	5	0	27	-78	-4	9	0	111	-117	1	14	0	67	52	-5	-12	2	58	32
-4	1	0	79	83	-6	5	0	89	-93	-2	9	0	80	75	3	14	0	51	-24	-3	-12	2	33	-2
-2	1	0	29	60	-2	5	0	57	19	2	9	0	76	-44	5	14	0	43	63	3	-12	2	76	74
2	1	0	103	-92	2	5	0	173	75	2	9	0	75	81	-6	15	0	106	67	5	-12	2	57	74
4	1	0	120	-148	2	5	0	60	-73	4	9	0	145	131	-4	15	0	16	-82	7	-12	2	24	11
6	1	0	223	-237	4	5	0	134	125	4	9	0	81	-39	-2	15	0	139	148	-8	-11	2	91	-126
8	1	0	89	-125	6	5	0	60	44	8	9	0	155	143	0	15	0	79	-41	-6	-11	2	88	81
10	1	0	164	-156	8	5	0	171	146	-5	10	0	142	-152	2	15	0	101	115	-4	-11	2	110	-129
-9	2	0	156	155	-9	6	0	64	-70	-1	10	0	152	-163	-5	16	0	41	-51	-2	-11	2	56	29
-7	2	0	93	55	-5	6	0	122	-92	1	10	0	183	183	-3	16	0	50	28	0	-11	2	149	-155
-5	2	0	44	65	-3	6	0	127	121	3	10	0	28	-46	-1	16	0	96	-68	2	-11	2	47	84
-3	2	0	70	85	-1	6	0	173	-171	5	10	0	133	137	1	16	0	43	56	4	-11	2	155	-166
-1	2	0	88	-87	1	6	0	167	163	-8	11	0	82	45	-2	17	0	112	99	6	-11	2	103	110
1	2	0	29	75	3	6	0	115	-133	7	10	0	193	-202	0	17	0	143	-163	-5	-10	2	91	-44
3	2	0	88	-85	5	6	0	73	101	-6	11	0	47	65	2	17	0	104	69	-3	-10	2	167	-176
7	2	0	40	-62	7	6	0	66	-73	-4	11	0	57	-50	-1	18	0	66	-68	-1	-10	2	57	62
9	2	0	99	-102	9	6	0	58	31	-2	11	0	68	-41	-2	17	2	44	-29	1	-10	2	36	-83
-8	3	0	74	-58	-6	7	0	170	155	0	11	0	83	26	0	17	2	129	-125	3	-10	2	79	-33
-2	3	0	36	-50	-4	7	0	76	-75	2	11	0	71	-43	0	17	2	42	-13	5	-10	2	60	30
2	3	0	77	26	-2	7	0	158	155	4	11	0	58	30	-3	16	2	38	-94	7	-10	2	84	16
4	3	0	161	151	2	7	0	133	-131	6	11	0	55	-54	-1	16	2	80	-21	-6	-9	2	25	-36
6	3	0	103	-100	4	7	0	73	-75	-3	12	0	77	-41	-4	-15	2	88	-58	-4	-9	2	62	36
8	3	0	217	215	6	7	0	163	-154	-5	12	0	130	119	2	-15	2	192	162	-2	-9	2	107	90
10	3	0	48	0	8	7	0	99	-94	-1	12	0	140	-144	2	-15	2	105	123	4	-9	2	254	248
-9	4	0	60	48	-9	8	0	138	-132	3	12	0	73	78	-5	-14	2	93	101	6	-9	2	62	-116
-5	4	0	148	-111	-7	8	0	206	205	7	12	0	127	-163	2	-14	2	120	64	4	-9	2	156	171
-3	4	0	148	131	-5	8	0	63	-66	7	12	0	12	-2	1	-14	2	108	71	8	-9	2	94	7
-1	4	0	181	-177	-3	8	0	144	151	-6	13	0	142	144	5	-14	2	67	22	-9	-8	2	56	101

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MD D-REFLEXE

PAGE 2

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-7	-8	2	57	-35	-1	-4	2	127	122	9	0	2	107	-122	-4	5	2	45	-24
-5	-8	2	141	170	1	-4	2	31	-68	-10	1	2	48	70	-2	5	2	143	-126
-3	-8	2	52	-49	7	-4	2	95	-124	-8	1	2	33	35	0	5	2	73	76
-1	-8	2	203	204	9	-4	2	97	113	-2	1	2	84	50	0	5	2	85	-72
1	-8	2	66	-67	-10	-3	2	54	-19	0	1	2	59	-44	4	5	2	184	186
3	-8	2	87	76	-10	-3	2	54	12	0	1	2	29	-22	4	5	2	149	181
-8	-7	2	133	99	-6	-3	2	147	139	4	1	2	15	-49	8	5	2	68	-78
-6	-7	2	45	-66	0	-3	2	86	-78	4	1	2	113	55	-9	6	2	104	121
-4	-7	2	28	18	2	-3	2	121	105	6	1	2	71	16	-7	6	2	184	-182
-2	-7	2	101	128	6	-3	2	71	56	-9	2	2	92	81	-5	6	2	174	170
0	-7	2	204	-210	8	-3	2	65	-23	-7	2	2	89	76	-3	6	2	157	161
2	-7	2	129	121	-9	-2	2	57	73	-5	2	2	55	-22	1	6	2	36	45
4	-7	2	239	-246	-7	-2	2	102	22	1	2	2	49	-9	3	6	2	29	58
6	-7	2	86	59	-5	-2	2	55	47	3	2	2	135	-68	-10	7	2	194	190
8	-7	2	159	-124	-3	-2	2	161	-137	7	2	2	110	-96	-6	7	2	37	68
-7	-6	2	149	167	-1	-2	2	178	163	9	2	2	40	-77	-4	7	2	188	203
-5	-6	2	125	125	1	-2	2	106	-50	-10	3	2	84	-88	-2	7	2	211	202
-3	-6	2	113	-124	3	-2	2	91	17	-8	3	2	63	-43	0	7	2	248	-251
1	-6	2	107	-88	5	-2	2	49	-11	-4	3	2	72	-43	4	7	2	111	98
5	-6	2	33	39	7	-2	2	49	33	0	3	2	65	21	6	7	2	98	-95
7	-6	2	45	-79	9	-2	2	83	5	2	3	2	72	-43	8	7	2	17	-76
9	-6	2	112	159	-8	-1	2	131	-105	4	3	2	36	41	-9	8	2	79	-69
-10	-5	2	87	-102	-6	-1	2	72	-79	6	3	2	71	-80	-7	8	2	112	124
-4	-5	2	114	-84	0	-1	2	128	-124	8	3	2	27	115	-5	8	2	156	-153
-2	-5	2	113	105	2	-1	2	67	72	-9	4	2	52	-31	-3	8	2	104	70
0	-5	2	118	-119	4	-1	2	94	-71	-7	4	2	106	123	-1	8	2	134	-117
2	-5	2	124	123	6	-1	2	29	8	-5	4	2	55	-72	3	8	2	148	-144
4	-5	2	88	-69	-9	0	2	108	78	-3	4	2	104	107	5	8	2	109	-93
6	-5	2	133	161	-7	0	2	158	-171	-1	4	2	94	74	-8	9	2	149	-166
8	-5	2	75	-65	-5	0	2	91	81	3	4	2	15	8	-4	9	2	94	26
-9	-4	2	36	3	-3	0	2	114	-76	5	4	2	97	159	-2	9	2	195	-184
-7	-4	2	56	-16	-1	0	2	106	98	9	4	2	140	-105	0	9	2	128	122
-5	-4	2	100	90	1	0	2	19	8	-10	5	2	94	-57	2	9	2	164	-161
-3	-4	2	84	-127	7	0	2	86	86	-6	5	2	94	-57	2	9	2	164	-161

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO MD D-REFLEXE

PAGE 3

H	K	L	LOFO	10FC	H	K	L	LOFO	10FC	H	K	L	LOFO	10FC	H	K	L	LOFO	10FC
-4	15	2	47	-45	4	-13	4	34	-72	1	-8	4	74	82	3	-4	4	118	-122
-2	15	2	103	-100	4	6	48	4	-17	3	-8	4	44	-87	5	-4	4	227	230
0	15	2	48	41	4	-7	97	71	71	7	-8	4	193	-198	-10	-3	4	29	-31
2	15	2	127	-125	4	-5	18	22	22	-10	-7	4	89	113	-8	-3	4	122	-137
4	15	2	73	46	4	-3	142	130	142	-8	-7	4	89	82	-6	-3	4	232	-246
-5	16	2	178	-191	4	-1	66	-50	-50	-6	-7	4	173	193	-2	-3	4	165	144
-3	16	2	118	109	4	1	130	116	116	-4	-7	4	34	6	0	-3	4	212	-212
-1	16	2	81	-14	4	3	112	-134	-134	-2	-7	4	168	183	2	-3	4	183	160
1	16	2	145	108	4	-5	28	105	105	0	-7	4	69	-78	4	-3	4	56	-32
-4	17	2	113	129	4	4	50	-89	-89	2	-7	4	66	42	6	-3	4	130	140
-2	17	2	54	-4	4	-2	39	58	58	4	-7	4	52	-74	8	-3	4	49	-52
0	17	2	94	83	4	0	123	-106	-106	6	-7	4	117	-131	-9	-2	4	172	157
-2	17	4	82	53	4	2	141	118	118	8	-7	4	46	-63	-5	-2	4	169	187
0	17	4	54	-4	4	4	92	-83	-83	-9	-6	4	71	8	-1	-2	4	51	-23
2	17	4	39	-33	4	6	72	123	123	-7	-6	4	56	51	3	-2	4	94	73
-5	16	4	166	-143	4	-9	99	-69	-69	-3	-6	4	50	-30	1	-2	4	190	-201
-3	16	4	87	69	4	-7	89	-181	-181	-1	-6	4	116	16	7	-2	4	40	80
-1	16	4	173	-167	4	-5	133	-128	-128	1	-6	4	64	45	9	-2	4	135	-144
1	16	4	102	115	4	-1	224	-238	-238	3	-6	4	106	-105	-10	-1	4	68	-58
3	16	4	148	-157	4	1	77	81	81	5	-6	4	30	50	-8	-1	4	118	81
-6	15	4	63	46	4	3	55	-86	-86	7	-6	4	107	-103	-8	-1	4	119	105
-4	15	4	34	-111	4	5	145	139	139	-10	-5	4	99	49	-6	-1	4	367	364
2	15	4	42	-10	4	7	82	-70	-70	-8	-5	4	54	-78	-8	-4	4	66	100
4	15	4	51	60	4	-8	143	-168	-168	-6	-5	4	95	-73	-2	-1	4	215	220
-5	14	4	107	-85	4	4	176	-217	-217	-4	-5	4	82	-72	0	-1	4	69	-70
-3	14	4	76	60	4	0	79	-35	-35	-2	-5	4	234	-232	6	-1	4	217	-216
1	14	4	97	107	4	2	42	51	51	2	-5	4	190	185	8	-1	4	127	-124
3	14	4	125	-146	4	6	22	41	41	0	-5	4	119	110	8	-1	4	80	-22
5	14	4	154	148	4	8	89	31	31	6	-5	4	179	-15	-11	0	4	84	67
-6	13	4	95	96	4	-9	71	59	59	-9	-4	4	4	67	1	4	64	-49	
-4	13	4	55	8	4	-7	124	134	134	-7	-4	4	159	-192	-9	0	4	87	-50
-2	13	4	121	128	4	-5	84	45	45	-5	-4	4	58	38	-3	0	4	5	-25
0	13	4	71	-86	4	-3	105	112	112	-1	-4	4	95	-76	-1	0	4	20	25
-2	13	4	118	107	4	-1	52	9	9	1	-4	4	116	96	-1	0	4	52	59

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 WQ D-REFLEXE

PAGE 4

H	K	L	LOFD	LOFC	H	K	L	LOFD	LOFC	H	K	L	LOFD	LOFC	H	K	L	LOFD	LOFC
-8	5	4	137	139	0	9	4	114	101	2	15	4	126	-116	-7	-10	6	73	87
-6	5	4	26	64	2	9	4	125	-135	-3	16	4	32	66	-5	-10	6	39	-23
-4	5	4	110	136	4	9	4	20	-2	-1	16	4	46	31	-3	-10	6	69	72
0	5	4	122	94	6	9	4	99	-96	0	17	4	122	123	-1	-10	6	145	-149
2	5	4	112	-124	-7	10	4	136	139	-2	-17	6	109	85	1	-10	6	107	118
6	5	4	44	-65	-3	10	4	92	104	0	-17	6	67	70	3	-10	6	44	-82
8	5	4	100	-104	-1	10	4	102	68	-5	-16	6	92	-59	-6	-9	6	146	-118
-9	6	4	40	-23	1	10	4	140	-136	-3	-16	6	152	150	0	-9	6	120	-120
-7	6	4	21	3	3	10	4	68	77	-1	-16	6	79	-125	2	-9	6	159	-141
-5	6	4	90	74	5	10	4	50	-117	1	-16	6	128	94	4	-9	6	75	55
1	6	4	29	19	-6	11	4	166	181	-4	-15	6	79	18	6	-9	6	177	-202
3	6	4	62	21	-6	11	4	160	-150	-2	-15	6	131	-131	-9	-8	6	59	-77
5	6	4	69	-32	-4	11	4	218	226	2	-15	6	113	-128	-7	-8	6	18	-52
7	6	4	91	104	-2	11	4	163	-152	-7	-14	6	144	95	-5	-8	6	66	-55
-10	7	4	146	-125	0	11	4	155	136	-5	-14	6	220	-212	-1	-8	6	197	-212
-8	7	4	111	-96	4	11	4	91	-60	-3	-14	6	171	165	1	-8	6	123	143
-4	7	4	117	-98	4	11	4	83	48	-1	-14	6	133	-147	3	-8	6	86	-115
-2	7	4	158	-150	-7	12	4	161	145	1	-14	6	64	88	5	-8	6	118	135
0	7	4	115	116	-5	12	4	52	-67	-2	-13	6	139	-120	-6	-7	6	106	82
2	7	4	23	5	-3	12	4	60	30	0	-13	6	202	189	-4	-7	6	38	-29
4	7	4	160	150	-1	12	4	74	101	2	-13	6	57	-90	-2	-7	6	50	64
8	7	4	111	147	1	12	4	65	-50	-7	-12	6	191	187	0	-7	6	52	82
-9	8	4	71	-75	3	12	4	134	128	-5	-12	6	163	-161	2	-7	6	41	-55
-7	8	4	140	-131	5	12	4	86	-60	-3	-12	6	143	139	4	-7	6	127	136
-5	8	4	66	-79	-8	13	4	153	155	-1	-12	6	71	-89	6	-7	6	78	-82
-3	8	4	69	-39	-6	13	4	213	-202	1	-12	6	84	84	-9	-6	6	27	26
1	8	4	41	-52	-4	13	4	203	192	3	-12	6	84	-22	-7	-6	6	125	123
3	8	4	43	39	-2	13	4	161	-171	5	-12	6	36	43	-5	-6	6	71	-100
5	8	4	41	-79	0	13	4	113	83	-8	-11	6	51	47	-3	-6	6	180	191
7	8	4	81	110	-3	14	4	112	-100	-6	-11	6	43	-5	-1	-6	6	75	-84
-8	9	4	79	22	1	14	4	88	-22	-4	-11	6	41	56	1	-6	6	107	138
-6	9	4	26	-30	1	14	4	73	-39	0	-11	6	120	106	3	-6	6	172	-189
-4	9	4	92	67	-2	15	4	118	-110	4	-11	6	105	131	5	-6	6	167	166
-2	9	4	147	-116	0	15	4	63	29	-9	-10	6	83	-83	7	-6	6	131	-153

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MD D-REFLEXE

PAGE 5

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
3	-2	6	83	-58	2	3	6	76	-41	1	3	6	62	-44	4	13	6	59	60
5	-2	6	61	52	4	3	6	37	63	3	3	6	173	170	-3	14	6	59	-43
7	-2	6	51	-31	8	3	6	72	-59	5	8	6	58	-2	1	14	6	160	139
-10	-1	6	103	103	6	3	6	43	18	-10	9	6	95	-91	1	14	6	104	-93
-8	-1	6	45	70	-9	4	6	108	86	-8	9	6	176	190	3	14	6	137	126
-6	-1	6	61	14	-7	4	6	41	73	-6	9	6	126	-101	-6	15	6	48	-56
-4	-1	6	57	37	-5	4	6	78	-39	-4	9	6	114	97	-6	15	6	141	153
-2	-1	6	109	120	-3	4	6	119	134	-4	9	6	95	74	-2	15	6	16	-24
0	-1	6	64	-91	3	4	6	80	-18	2	9	6	46	-4	-3	16	6	109	124
-2	-1	6	49	-8	5	4	6	67	1	4	9	6	124	-88	-5	16	6	142	-165
8	-1	6	74	-32	7	4	6	47	23	-9	10	6	102	85	-1	16	6	136	87
-11	0	6	64	-63	-10	5	6	177	199	-7	10	6	50	-65	1	16	6	123	-145
-7	0	6	175	-162	-8	5	6	128	44	-5	10	6	152	149	-3	16	8	104	125
-1	0	6	45	28	-4	5	6	111	111	-1	10	6	84	47	-1	16	8	59	42
1	0	6	45	28	-2	5	6	110	75	1	10	6	103	-122	1	16	8	58	16
3	0	6	22	-62	-2	5	6	46	-54	3	10	6	30	42	-6	15	8	130	-71
7	0	6	85	-94	0	5	6	56	14	5	10	6	212	-204	-4	15	8	155	132
-10	1	6	119	-98	2	5	6	79	-75	-8	11	6	68	13	-2	15	8	128	-105
-8	1	6	88	-88	4	5	6	59	-34	-6	11	6	82	53	0	15	8	130	131
-4	1	6	153	-144	4	5	6	77	-47	-4	11	6	79	-27	-3	14	8	95	-156
0	1	6	103	112	-9	6	6	71	-60	-2	11	6	71	91	-3	14	8	25	36
2	1	6	120	-92	-3	6	6	214	-200	0	11	6	86	-82	-1	14	8	104	-107
4	1	6	101	107	1	6	6	61	-8	2	11	6	96	-18	1	14	8	92	62
8	1	6	97	14	5	6	6	157	-163	2	11	6	61	5	-6	13	8	156	-129
-11	2	6	84	-121	-10	7	6	286	-282	-7	12	6	61	32	-4	13	8	50	33
-5	2	6	20	-10	-6	7	6	61	-72	-1	12	6	87	127	-2	13	8	156	-124
1	2	6	84	100	-2	7	6	61	-72	1	12	6	153	-127	0	13	8	105	121
5	2	6	44	63	2	7	6	129	124	3	12	6	44	108	-2	13	8	167	-153
7	2	6	59	92	4	7	6	168	124	5	12	6	100	-74	4	13	8	159	199
-10	3	6	62	26	6	7	6	125	-96	-8	13	6	51	-83	-7	12	8	71	-69
-8	3	6	122	-149	-9	8	6	125	-96	-6	13	6	103	-115	-3	12	8	57	-39
-6	3	6	132	134	-5	8	6	129	-158	-4	13	6	26	0	1	12	8	43	11
-4	3	6	118	-127	-3	8	6	129	-158	-4	13	6	90	-109	3	-12	8	43	97
0	0	3	112	84	-1	8	6	169	190	-2	13	6	90	-109	3	-12	8	43	97

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO MD D-REFLEXE

PAGE 6

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
-9	-6	8	89	-96	5	-2	8	18	-21	5	2	8	88	70	4	7	8	124	-99
-3	-6	8	133	140	7	-2	8	104	116	7	2	8	77	-91	-9	8	8	98	114
-1	-6	8	106	-136	-10	-1	8	50	-19	-10	3	8	92	-60	-5	8	8	61	19
1	-6	8	139	170	-8	-1	8	266	-273	-8	3	8	67	82	-1	8	8	41	43
5	-6	8	40	31	-6	-1	8	152	-158	-6	3	8	82	62	1	8	8	47	-46
-10	-5	8	62	-52	-4	-1	8	41	-30	-4	3	8	57	-38	3	8	8	145	150
-8	-5	8	92	122	-2	-1	8	198	-196	-2	3	8	86	121	5	8	8	129	-88
-6	-5	8	61	67	0	-1	8	75	52	2	3	8	9	3	-8	9	8	66	-80
-4	-5	8	100	41	2	-1	8	84	-80	2	3	8	52	13	-6	9	8	63	-53
-2	-5	8	72	-18	4	-1	8	193	184	-11	4	8	70	25	-4	9	8	95	101
0	-5	8	153	134	6	-1	8	42	-45	-9	4	8	52	-43	-2	9	8	39	-11
2	-5	8	119	-156	-11	0	8	87	-11	-5	4	8	50	13	0	9	8	38	-33
4	-5	8	70	72	-9	0	8	72	-53	-3	4	8	70	-88	2	9	8	53	72
6	-5	8	57	-87	-7	0	8	68	97	5	4	8	88	79	4	9	8	43	15
-11	-4	8	69	134	-5	0	8	175	-171	-10	5	8	100	-104	-9	10	8	21	-74
-9	-4	8	79	92	-3	0	8	217	225	-8	5	8	79	-63	-7	10	8	39	-37
-7	-4	8	129	106	-1	0	8	141	-150	-6	5	8	47	20	-5	10	8	98	61
-5	-4	8	111	105	1	0	8	69	94	-2	5	8	177	-204	-3	10	8	170	-178
-3	-4	8	82	82	3	0	8	39	-36	-2	5	8	23	-7	-1	10	8	139	139
-1	-4	8	44	-2	5	0	8	33	-18	0	5	8	23	40	-8	11	8	50	60
1	-4	8	77	85	-10	1	8	157	153	4	5	8	69	-48	-6	11	8	82	-29
5	-4	8	40	-77	-8	1	8	57	56	6	5	8	170	148	-4	11	8	67	-71
7	-4	8	49	-20	-6	1	8	69	21	-9	6	8	105	88	-2	11	8	118	118
-10	-3	8	83	74	-4	1	8	243	261	-7	6	8	70	-77	0	11	8	185	-166
-8	-3	8	66	58	2	1	8	45	-58	-5	6	8	58	-55	2	11	8	119	86
-6	-3	8	193	215	4	1	8	43	13	-3	6	8	63	-51	4	11	8	52	-92
0	-3	8	184	192	6	1	8	203	-193	3	6	8	82	-58	-7	12	8	94	-98
2	-3	8	243	-249	-11	2	8	133	157	1	6	8	60	72	-5	12	8	106	130
4	-3	8	61	105	-1	2	8	20	102	5	6	8	70	-122	-3	12	8	206	-232
6	-3	8	115	-97	-5	2	8	48	-28	-10	7	8	155	139	1	12	8	86	-55
-11	-2	8	145	-139	-3	2	8	71	105	-8	7	8	64	-28	-6	13	8	71	15
-5	-2	8	250	-256	-1	2	8	72	-82	-6	7	8	101	88	-4	13	8	85	-88
-3	-2	8	107	-53	1	2	8	106	95	-4	7	8	138	129	-2	13	8	169	158
-1	-2	8	36	-68	3	2	8	73	-73	2	7	8	62	-61	0	13	8	122	-116

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 MD D-REFLEXE

H	K	L	LOFD	LOFC	H	K	L	LOFD	LOFC	H	K	L	LOFD	LOFC	H	K	L	LOFD	LOFC
-8	-9	10	113	138	-7	-4	10	79	71	-5	0	10	123	-135	0	5	10	52	-26
-6	-9	10	56	5	-5	-4	10	198	211	-3	0	10	105	113	2	5	10	59	30
-4	-9	10	31	36	-3	-4	10	61	28	-1	0	10	30	72	4	5	10	149	121
-2	-9	10	61	-112	-1	-4	10	79	69	-1	0	10	49	-33	-9	6	10	117	-94
0	-9	10	200	222	1	-4	10	69	27	-8	1	10	86	61	-7	6	10	79	58
2	-9	10	71	-110	3	-4	10	95	86	-6	1	10	21	45	-5	6	10	54	73
4	-9	10	69	85	5	-4	10	157	-171	-4	1	10	42	37	-3	6	10	31	-60
-9	-8	10	88	39	-10	-3	10	72	54	-2	1	10	122	-120	-1	6	10	91	135
-5	-8	10	45	-1	-8	-3	10	177	157	0	1	10	158	151	1	6	10	75	38
-3	-8	10	58	-62	-6	-3	10	89	-101	2	1	10	89	-116	3	6	10	83	30
-1	-8	10	108	120	-4	-3	10	202	215	-11	2	10	45	17	-8	7	10	172	155
1	-8	10	213	-214	-2	-3	10	126	-119	-9	2	10	11	47	-6	7	10	162	169
3	-8	10	68	70	0	-3	10	77	5	-7	2	10	88	103	-4	7	10	117	-148
5	-8	10	138	-150	2	-3	10	63	-13	-3	2	10	177	183	-2	7	10	145	172
-10	-7	10	148	-124	4	-3	10	175	165	3	2	10	56	-6	0	7	10	113	-136
-6	-7	10	56	-70	6	-3	10	87	-116	5	2	10	95	-107	2	7	10	123	-69
-4	-7	10	62	-35	-11	-2	10	79	5	-10	3	10	213	201	-9	8	10	127	90
-2	-7	10	152	-146	-9	-2	10	69	-92	-4	3	10	250	263	-7	8	10	103	-82
0	-7	10	153	139	-7	-2	10	119	-99	-2	3	10	105	99	-3	8	10	66	22
2	-7	10	142	-151	-5	-2	10	80	-44	0	3	10	35	14	-3	8	10	83	31
-9	-6	10	85	-74	-1	-2	10	54	-55	6	3	10	113	97	3	8	10	121	-146
-7	-6	10	84	-7	1	-2	10	53	-67	-11	4	10	54	31	-8	9	10	66	-36
-3	-6	10	134	-116	3	-2	10	63	16	-19	4	10	182	-164	-6	9	10	61	53
-1	-6	10	165	168	-10	-1	10	230	-231	-9	4	10	61	14	-4	9	10	67	-55
1	-6	10	118	-106	-8	-1	10	61	-14	-7	4	10	49	-49	0	9	10	67	-54
3	-6	10	88	115	-6	-1	10	51	-67	-5	4	10	65	-66	2	9	10	97	89
5	-6	10	62	-117	-4	-1	10	176	-169	-3	4	10	36	8	4	9	10	66	-33
-8	-5	10	118	37	-2	-1	10	77	-78	-1	4	10	78	102	-7	10	10	128	-131
-6	-5	10	161	-180	0	-1	10	77	75	3	4	10	130	-98	-5	10	10	43	-41
-4	-5	10	230	259	2	-1	10	145	-140	5	4	10	92	-40	-3	10	10	50	109
2	-5	10	78	5	4	-1	10	135	161	-10	5	10	99	-109	3	10	10	58	15
6	-5	10	21	-47	-11	0	10	40	-50	-8	5	10	123	-113	-8	11	10	169	-149
-11	-4	10	104	143	-9	0	10	75	15	-6	5	10	15	-58	-6	11	10	50	-35
-9	-4	10	87	8	-7	0	10	36	17	-4	5	10							

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO MO D-REFLEXE

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-8	-9	12	44	92	-7	-4	12	141	-146	5	0	12	121	-112	-6	7	12	202	-195
-6	-9	12	110	-153	-3	-4	12	56	-65	-10	1	12	203	-199	-4	7	12	121	103
-4	-9	12	38	24	-1	-4	12	114	112	-8	1	12	95	66	2	7	12	141	-149
-2	-9	12	47	82	1	-4	12	197	-173	-6	1	12	91	-78	2	7	12	102	127
0	-9	12	95	-43	3	-4	12	122	108	-4	1	12	186	-193	-9	8	12	163	-177
2	-9	12	167	148	5	-4	12	48	54	-4	1	12	153	156	-7	8	12	130	84
-9	-8	12	95	91	-8	-3	12	124	-61	4	1	12	122	62	-3	8	12	88	-84
-7	-8	12	55	-94	-6	-3	12	158	-166	-9	2	12	91	-75	-1	8	12	35	75
-5	-8	12	376	371	-4	-3	12	132	166	-7	2	12	17	55	1	8	12	131	-131
-3	-8	12	209	-199	-2	-3	12	172	-172	-3	2	12	83	-16	-8	9	12	201	153
-1	-8	12	128	115	0	-3	12	82	126	-1	2	12	77	85	-6	9	12	113	-82
1	-8	12	47	-43	2	-3	12	84	76	1	2	12	127	-125	-4	9	12	114	-100
3	-8	12	111	93	4	-3	12	81	-27	3	2	12	136	130	-2	9	12	114	126
-8	-7	12	99	109	-11	-2	12	58	12	5	2	12	152	-152	0	9	12	51	-91
-6	-7	12	45	41	-9	-2	12	175	159	-10	3	12	21	50	-7	10	12	35	22
-4	-7	12	59	-41	-7	-2	12	54	-15	-6	3	12	121	-152	-6	11	12	86	136
-2	-7	12	143	107	-5	-2	12	219	215	-4	3	12	98	78	-4	11	12	144	-147
0	-7	12	104	-115	-1	-2	12	86	82	-2	3	12	108	32	-2	11	12	136	140
2	-7	12	63	37	3	-2	12	28	-76	0	3	12	86	-64	0	11	12	36	49
4	-7	12	128	-105	3	-2	12	59	-5	-9	4	12	143	131	-5	12	12	86	77
-9	-6	12	142	117	5	-2	12	72	6	-9	4	12	143	131	-5	12	12	86	77
-7	-6	12	49	-69	-10	-1	12	107	71	-5	4	12	10	33	-3	12	12	165	168
-5	-6	12	125	131	-8	-1	12	186	160	-5	4	12	94	85	-1	12	12	36	-114
-3	-6	12	128	-108	-6	-1	12	104	-109	3	4	12	73	-6	-6	13	12	171	174
-1	-6	12	145	139	-4	-1	12	202	198	-10	5	12	204	180	-4	13	12	119	-103
1	-6	12	193	-132	-2	-1	12	85	-131	-8	5	12	51	-51	-2	-13	14	186	193
3	-6	12	146	153	0	-1	12	68	22	-6	5	12	51	46	-5	-12	14	196	210
-8	-5	12	77	-30	4	-1	12	133	-152	-4	5	12	192	222	-5	-12	14	82	-55
-6	-5	12	99	27	-9	0	12	132	-141	-2	5	12	125	-167	-3	-12	14	52	70
-4	-5	12	68	-51	5	0	12	71	87	0	5	12	91	111	-1	-12	14	138	127
-2	-5	12	76	39	-3	0	12	166	-198	-9	6	12	61	11	-6	-11	14	225	-219
0	-5	12	41	21	-1	0	12	120	81	1	6	12	57	19	-4	-11	14	263	245
-4	-5	12	86	31	1	0	12	101	-136	-10	7	12	61	-8	-2	-11	14	164	-172
-9	-4	12	127	119	3	0	12	96	98	-8	7	12	62	-38	0	-11	14	164	-172

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-9	-4	14	80	54	-9	2	14	156	-133	-7	10	14	119	221	-1	-4	16	66	22
-7	-4	14	232	-225	-7	2	14	66	-83	-5	10	14	54	-54	1	-4	16	159	158
-3	-4	14	137	-137	-5	2	14	78	87	-6	11	14	84	-34	-8	-3	16	46	-57
1	-4	14	107	-89	-3	2	14	136	-243	-4	-11	16	73	16	-6	-3	16	156	121
3	-4	14	73	108	1	2	14	74	42	-2	-11	16	82	92	-4	-3	16	86	-82
-10	-3	14	155	-192	-10	3	14	152	-124	-5	-10	16	89	148	-2	-3	16	93	57
-8	-3	14	77	57	-6	3	14	85	-119	-3	-10	16	69	-12	0	-3	16	156	-145
-6	-3	14	83	74	-4	3	14	72	56	-1	-10	16	39	-43	-9	-2	16	179	-152
-2	-3	14	279	-279	-2	3	14	32	98	-6	-9	16	225	206	-3	-2	16	65	-45
-2	-3	14	293	319	0	3	14	134	-117	-4	-9	16	290	-278	-1	-2	16	116	-82
0	-3	14	136	-141	2	3	14	160	149	-2	-9	16	82	62	1	-2	16	185	191
-9	-2	14	220	207	-9	4	14	148	136	0	-9	16	186	-176	-10	-1	16	60	-78
-7	-2	14	73	58	-7	4	14	51	62	-7	-8	16	160	-167	-6	-1	16	80	47
-5	-2	14	100	-24	-5	4	14	70	136	-5	-8	16	154	-128	-4	-1	16	169	-176
-3	-2	14	85	95	-3	4	14	14	-4	-3	-8	16	165	119	-2	-1	16	212	194
1	-2	14	56	-89	-1	4	14	98	125	-1	-8	16	153	-109	0	-1	16	196	-204
3	-2	14	169	181	1	4	14	80	-57	-8	-7	16	141	-130	2	-1	16	155	161
-10	-1	14	154	132	3	4	14	94	70	-6	-7	16	184	167	-9	0	16	108	136
-6	-1	14	152	149	-10	5	14	91	-31	-4	-7	16	223	-231	-7	0	16	126	-111
-4	-1	14	63	-41	-8	5	14	241	288	-2	-7	16	213	205	-5	0	16	40	-22
-2	-1	14	79	81	-6	5	14	56	-5	0	-7	16	108	-133	-3	0	16	84	87
0	-1	14	108	-49	-2	5	14	21	166	-9	-6	16	124	101	-1	0	16	109	-69
-9	0	14	39	25	2	5	14	51	-30	-7	-6	16	46	-47	1	0	16	83	19
-7	0	14	55	-36	-9	6	14	104	114	-5	-6	16	142	-96	-8	1	16	136	-113
-5	0	14	20	37	-7	6	14	70	-134	-3	-6	16	142	134	-6	1	16	167	155
-3	0	14	92	-134	-3	6	14	26	-17	-1	-6	16	56	-15	-4	1	16	71	-119
1	0	14	86	-21	-1	6	14	15	-65	1	-6	16	34	-6	0	1	16	91	-95
3	0	14	72	-51	1	6	14	106	-103	-8	-5	16	172	-128	-9	2	16	105	114
-10	1	14	127	104	-8	7	14	174	-196	-6	-5	16	136	157	-7	2	16	136	-135
-8	1	14	248	-241	-2	7	14	53	-80	-4	-5	16	101	-50	-5	2	16	96	48
-4	1	14	107	111	0	7	14	125	161	-2	-5	16	94	105	-1	2	16	77	77
-2	1	14	139	-138	2	7	14	114	-72	0	-5	16	79	-64	-8	3	16	155	-167
0	1	14	79	3	1	8	14	109	31	-9	-4	16	54	-37	-6	3	16	208	202
2	1	14	68	108	-8	9	14	138	-161	-7	-4	16	163	126	-4	3	16	88	53

AN100	MO	D-REFLEXE
1	1	1
2	2	2
3	3	3
4	4	4
5	5	5
6	6	6
7	7	7
8	8	8
9	9	9
10	10	10
11	11	11
12	12	12
13	13	13
14	14	14
15	15	15
16	16	16
17	17	17
18	18	18
19	19	19
20	20	20
21	21	21
22	22	22
23	23	23
24	24	24
25	25	25
26	26	26
27	27	27
28	28	28
29	29	29
30	30	30
31	31	31
32	32	32
33	33	33
34	34	34
35	35	35
36	36	36
37	37	37
38	38	38
39	39	39
40	40	40
41	41	41
42	42	42
43	43	43
44	44	44
45	45	45
46	46	46
47	47	47
48	48	48
49	49	49
50	50	50
51	51	51
52	52	52
53	53	53
54	54	54
55	55	55
56	56	56
57	57	57
58	58	58
59	59	59
60	60	60
61	61	61
62	62	62
63	63	63
64	64	64
65	65	65
66	66	66
67	67	67
68	68	68
69	69	69
70	70	70
71	71	71
72	72	72
73	73	73
74	74	74
75	75	75
76	76	76
77	77	77
78	78	78
79	79	79
80	80	80
81	81	81
82	82	82
83	83	83
84	84	84
85	85	85
86	86	86
87	87	87
88	88	88
89	89	89
90	90	90
91	91	91
92	92	92
93	93	93
94	94	94
95	95	95
96	96	96
97	97	97
98	98	98
99	99	99
100	100	100

H		L		10FO		10FC		H		L		10FO		10FC		H		L		10FO		10FC		
-3	-4	18	311	304	-5	-2	18	118	-107	-7	0	18	60	82	-2	1	18	92	80	-2	3	18	32	117
-1	-4	18	64	-88	-3	-2	18	87	-80	-5	0	18	47	-61	-7	2	18	49	48	-7	4	18	60	-92
-8	-3	18	263	-277	-1	-2	18	45	11	-3	0	18	28	31	-5	2	18	51	-7	-5	4	18	92	-81
-6	-3	18	250	244	-8	-1	18	248	-264	-1	0	18	86	-27	-3	2	18	181	287	-3	4	18	73	82
-2	-3	18	91	-92	-6	-1	18	91	80	-8	1	18	174	171	-1	2	18	180	-205	-6	5	18	159	178
-4	-3	18	110	-66	-4	-1	18	62	-101	-6	1	18	94	-128	-8	3	18	113	138	-4	5	18	127	-174
-7	-2	18	57	59	-2	-1	18	114	-83	-4	1	18	16	25	-4	3	18	39	-65	-2	5	18	18	-2

TABLE C 13.1
OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR

ANIOO NEUTRON A-REFLEXE

PAGE 1

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
2	0	0	22	17	0	3	0	155	154	6	-4	2	26	26	0	2	2	13	-9
4	0	0	209	208	2	8	0	122	-124	-7	-3	2	6	-1	2	2	59	-57	
6	0	0	224	232	4	8	0	38	-32	3	-3	2	10	-1	4	2	43	-42	
5	1	0	119	119	-4	10	0	37	34	5	-3	2	41	39	6	2	18	-13	
3	1	0	34	-30	-2	10	0	22	-21	-6	-2	2	27	-22	-7	3	31	27	
1	1	0	29	29	0	10	0	139	138	-4	-2	2	55	55	-5	3	51	-53	
3	1	0	44	-42	2	10	0	57	59	-2	-2	2	18	-17	-3	3	71	-73	
5	1	0	103	101	4	10	0	67	66	0	-2	2	29	29	5	3	19	-18	
-6	2	0	153	-148	-4	-10	2	27	-24	2	-2	2	61	-59	-6	4	98	-101	
-4	2	0	74	-68	-2	-10	2	20	-6	4	-2	2	32	29	-4	4	86	86	
-2	2	0	123	-129	0	10	2	130	-128	6	-2	2	17	15	-2	4	82	-81	
0	2	0	11	-6	2	-10	2	89	-87	-7	-1	2	33	-29	0	4	30	-26	
2	2	0	116	-121	4	-10	2	55	-56	-5	-1	2	18	11	2	4	55	-56	
4	2	0	85	-83	-4	-8	2	139	138	-3	-1	2	12	0	4	4	147	-145	
6	2	0	160	-158	-2	-8	2	214	213	1	-1	2	81	77	6	4	14	9	
-3	3	0	49	-46	0	-8	2	118	-118	3	-1	2	45	-42	-5	5	144	-142	
-5	3	0	48	47	2	-8	2	189	191	5	-1	2	47	48	-4	6	172	175	
-6	4	0	221	-224	4	-8	2	61	62	-6	0	2	144	142	-2	6	45	44	
-4	4	0	22	-19	5	-7	2	135	-132	-4	0	2	144	140	0	6	67	66	
0	4	0	179	-182	-6	-6	2	22	18	-2	0	2	14	-8	2	6	39	37	
2	4	0	128	128	-4	-6	2	60	62	0	0	2	15	-8	2	6	35	-33	
4	4	0	24	-20	-2	-6	2	32	-30	2	0	2	37	32	4	6	28	32	
6	4	0	197	-197	0	-6	2	11	-10	4	0	2	17	12	-5	7	112	111	
-5	5	0	61	-60	2	-6	2	80	-80	6	0	2	92	-88	-6	8	107	-105	
-6	6	0	38	-34	4	-6	2	59	-58	-7	1	2	33	-29	-4	8	107	-105	
-4	6	0	47	48	6	-6	2	12	-8	-5	-1	2	34	32	-2	8	36	31	
-2	6	0	91	91	3	-5	2	36	35	-3	1	2	20	-20	0	8	39	36	
0	6	0	93	94	5	-5	2	107	106	-1	1	2	14	-11	2	8	154	-154	
2	6	0	130	129	-6	-4	2	78	77	1	1	2	94	90	4	8	28	29	
4	6	0	101	101	-4	-4	2	21	15	3	1	2	115	111	-4	10	18	13	
6	6	0	23	18	-2	-4	2	152	-154	5	1	2	29	-28	-2	10	155	151	
-5	7	0	143	143	0	-4	2	104	106	-6	-2	2	44	-44	0	10	102	99	
-4	8	0	45	-41	2	-4	2	238	-246	-4	2	2	20	22	2	10	26	-26	
-2	8	0	134	-134	4	-4	2	66	-62	-2	2	2	11	4	-4	-10	65	-64	

A-REFLEXE

AN100 NEUTRCN

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR

H	K	L	LOFD	IOFC	H	K	L	LOFD	IOFC	H	K	L	LOFD	IOFC	H	K	L	LOFD	IOFC
5	-1	4	32	-25	-7	5	4	26	-25	3	-5	6	136	-139	-1	1	6	143	145
-3	-1	4	17	14	-5	5	4	17	-12	-6	-4	6	216	-219	1	1	6	170	-171
1	-1	4	35	41	-6	6	4	58	58	3	1	6	79	79	3	1	6	101	100
1	-1	4	37	3	-4	6	4	188	-187	-2	-4	6	110	-110	-6	2	6	84	84
3	-1	4	32	-23	-4	6	4	69	-68	0	-4	6	39	-37	-4	2	6	78	-78
5	-1	4	67	-68	0	6	4	123	-122	2	-4	6	163	166	-2	2	6	82	84
6	0	4	230	-227	2	6	4	199	-210	4	-4	6	94	-96	0	2	6	42	42
6	0	4	83	79	2	6	4	44	-44	-7	-3	6	86	-85	2	2	6	57	55
2	0	4	199	-199	-6	8	4	17	-9	-5	-3	6	127	126	4	2	6	84	83
2	0	4	203	-202	-4	8	4	256	254	-1	-3	6	116	-115	-7	3	6	53	-57
2	0	4	46	41	-2	8	4	30	25	1	-3	6	75	75	-5	3	6	69	70
2	0	4	225	-219	0	8	4	12	11	3	-3	6	147	-144	-3	3	6	19	-19
7	0	4	50	-47	2	8	4	246	254	-6	-2	6	63	-62	-1	3	6	10	8
7	0	4	54	54	-4	10	4	121	119	-4	-2	6	46	45	3	3	6	50	-50
5	1	4	115	114	-2	10	4	53	-51	-2	-2	6	51	-50	3	5	8	52	51
1	1	4	73	74	0	10	4	128	-126	0	-2	6	7	10	-4	4	8	20	17
3	1	4	65	64	2	10	4	72	71	2	-2	6	87	84	-2	4	8	31	-31
5	1	4	22	-6	-4	-10	6	10	-5	4	-2	6	63	-60	0	4	6	56	-56
6	2	4	157	158	0	-10	6	23	25	-7	-1	6	42	21	2	4	6	133	132
2	2	4	14	6	2	-10	6	68	69	-3	-1	6	23	23	4	4	6	63	-63
2	2	4	10	-8	-6	-8	6	140	141	-1	-1	6	42	40	-5	5	6	145	146
0	2	4	133	133	-4	-8	6	153	-152	1	-1	6	99	-90	-6	6	6	167	-169
4	2	4	44	22	-2	-8	6	91	91	3	-1	6	43	29	-4	6	6	159	-160
7	3	4	86	-82	0	-8	6	119	120	-8	0	6	77	-74	-2	6	6	117	-119
5	3	4	26	-27	2	-8	6	62	-63	-6	0	6	33	29	0	6	6	161	-159
5	3	4	91	-92	3	-7	6	128	124	-4	0	6	191	-190	2	6	6	22	26
5	3	4	107	-108	-6	-6	6	18	-9	-2	0	6	56	53	-6	8	6	140	141
5	3	4	183	188	-4	-6	6	80	-79	0	0	6	47	41	-6	8	6	70	69
6	4	4	173	-176	-2	-6	6	38	38	2	0	6	31	-26	-2	8	6	112	113
2	2	4	47	45	0	-6	6	26	29	4	0	6	126	123	0	8	6	124	125
2	2	4	10	2	2	-6	6	13	14	-7	1	6	130	131	2	8	6	148	149
2	2	4	169	-171	4	-6	6	34	34	-5	-5	6	17	12	-4	10	6	63	-65
2	2	4	149	148	1	-5	6	41	-42	-3	1	6	90	90	-2	10	6	71	-68
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	
4	4	4																	

A-REFLEX

AN100 NEUTRON

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
-1	-1	8	34	28	0	4	8	20	-16	2	-4	10	92	-94	0	2	10	52	38	0	-4	12	110	-105
1	-1	8	75	77	2	4	8	82	-81	-5	-3	10	193	-196	-5	-3	12	46	-49	-5	-3	12	118	121
3	-1	8	97	97	-5	5	8	12	6	-3	-3	10	16	-8	-5	3	10	31	-36	-3	-3	12	61	-58
-6	0	8	127	124	-3	5	8	119	-119	-1	-3	10	113	-111	-3	3	10	48	-46	-1	-3	12	140	141
-4	0	8	67	67	-6	6	8	26	23	1	-3	10	25	-23	-1	3	10	25	-24	-6	-2	12	58	58
-2	0	8	258	257	-6	6	8	96	96	-6	-2	10	49	-52	1	3	10	45	44	-4	-2	12	13	2
0	0	8	101	98	-2	6	8	13	7	-4	-2	10	89	-89	-6	4	10	64	-63	-2	-2	12	10	5
2	0	8	168	164	0	6	8	144	141	-2	-2	10	10	-1	-4	4	10	109	-108	0	-2	12	65	67
-7	1	8	28	27	2	6	8	115	114	0	-2	10	60	-61	-2	4	10	26	-21	-5	-1	12	30	-25
-5	1	8	29	28	-5	7	8	25	17	2	-2	10	8	7	0	4	10	165	-168	-3	-1	12	72	-65
-3	1	8	52	-53	-4	8	8	104	-103	-7	-1	10	18	-5	-5	5	10	204	-207	-1	-1	12	28	-13
-1	1	8	78	-77	-2	8	8	148	153	-5	-1	10	19	13	-3	5	10	73	72	-6	0	12	24	22
1	1	8	16	12	0	8	8	81	-84	-3	-1	10	58	56	-4	6	10	130	132	-4	0	12	33	-33
3	1	8	39	-26	-2	10	8	232	230	-1	-1	10	65	59	-2	6	10	198	200	-2	0	12	55	-54
-6	2	8	21	12	-4	-4	10	150	152	6	0	10	136	137	0	6	10	26	-16	-5	1	12	59	59
-2	2	8	47	-42	-2	-3	10	97	-97	-4	0	10	189	188	-5	7	10	73	-71	-3	1	12	210	217
2	2	8	136	134	1	-7	10	32	29	-2	0	10	23	20	-4	8	10	37	-29	-1	1	12	89	91
0	2	8	15	-11	0	-7	10	12	13	0	0	10	106	102	-2	8	10	32	-33	-6	2	12	24	21
2	2	8	36	30	-6	-6	10	59	61	2	0	10	27	20	-4	-6	12	61	58	-4	2	12	14	-10
-7	3	8	40	38	-4	-6	10	130	127	7	1	10	25	-25	-5	-5	12	23	18	-2	2	12	42	-43
-5	3	8	47	43	-2	-6	10	9	-6	-5	1	10	86	84	-5	-5	12	16	19	0	2	12	37	-38
3	3	8	15	-13	-1	-5	10	52	50	-3	1	10	106	-107	-3	-5	12	12	8	-5	3	12	47	-47
-1	3	8	23	-20	0	-5	10	37	34	-3	1	10	132	130	-1	-5	12	9	8	-4	4	12	59	60

TABLE C 13.2

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR										ANIOO		NEUTRON		B-REFLEXE		PAGE				
H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	
-3	-10	1	57	-58	1	-4	1	9	-9	2	1	1	1	4	-2	-5	-6	3	26	-20
-1	-10	1	24	-22	3	-4	1	12	-10	4	1	1	1	7	-1	-3	-6	3	17	13
1	-10	1	26	-30	5	-4	1	13	-12	6	1	1	1	26	-26	-2	-6	3	17	-19
3	-10	1	34	-36	-6	-3	1	10	-7	-7	2	1	1	26	-21	0	-6	3	6	-29
-4	-9	1	8	-6	-4	-3	1	22	-23	-5	2	1	1	25	25	2	-6	3	30	-29
-2	-9	1	25	25	-2	-3	1	13	13	-3	2	1	1	6	-2	5	-6	3	12	-9
0	-9	1	22	20	0	-3	1	13	-14	-1	2	1	1	9	-6	-5	-6	3	10	-8
2	-9	1	20	24	2	-3	1	17	2	1	2	1	1	23	-22	-3	-5	3	7	4
-5	-8	1	31	31	4	-3	1	19	-18	3	2	1	1	9	6	0	-5	3	6	-7
-1	-8	1	32	27	6	-3	1	21	22	5	2	1	1	16	-15	2	-5	3	6	4
-1	-8	1	34	35	-7	-2	1	51	51	-6	3	1	1	14	13	5	-4	3	13	-10
1	-8	1	14	17	-5	-2	1	21	-21	-4	3	1	1	10	10	-2	-4	3	3	3
3	-8	1	42	42	-1	-2	1	16	15	-2	3	1	1	15	-16	0	-4	3	14	-14
5	-8	1	23	21	1	-2	1	26	26	0	3	1	1	14	13	2	-4	3	9	-7
-6	-7	1	15	-15	3	-2	1	9	-8	4	3	1	1	9	9	4	-4	3	6	-4
-2	-7	1	30	-26	5	-2	1	9	9	6	3	1	1	16	-16	-3	-4	3	15	-12
0	-7	1	22	-18	-6	-1	1	9	1	7	4	1	1	8	-6	-1	3	3	29	-29
2	-7	1	25	-24	-4	-1	1	19	-20	-5	4	1	1	9	-5	-4	-3	3	21	-22
4	-7	1	9	-8	-2	-1	1	12	13	-3	4	1	1	12	9	-2	-3	3	15	-14
6	-7	1	22	20	0	-1	1	16	-4	-1	4	1	1	4	0	3	-3	3	15	-5
-5	-6	1	18	20	2	-1	1	12	9	1	4	1	1	15	14	2	-3	3	6	0
-3	-6	1	8	0	4	-1	1	14	-13	3	4	1	1	6	8	4	-3	3	13	-10
-1	-6	1	18	-10	6	-1	1	43	41	5	5	1	1	32	-32	0	-3	3	8	-4
1	-6	1	25	-24	-7	0	1	7	4	-6	4	1	1	15	-12	2	-2	3	38	35
3	-6	1	14	14	-5	0	1	5	-2	-2	5	1	1	11	-2	4	-2	3	8	7
-6	-5	1	3	3	-3	0	1	6	-1	0	5	1	1	17	-6	-1	-2	3	2	-5
-4	-5	1	28	26	-1	0	1	5	1	2	5	1	1	14	-13	1	-2	3	23	23
-2	-5	1	16	12	1	0	1	6	4	4	5	1	1	21	-23	3	-2	3	7	2
2	-5	1	9	8	3	0	1	6	-2	-5	6	1	1	16	16	-6	-2	3	4	1
4	-5	1	21	21	5	0	1	4	2	-3	6	1	1	15	13	-4	-2	3	16	13
6	-5	1	15	-16	-6	-1	1	11	21	-1	6	1	1	11	-13	-2	-1	3	40	40
-5	-4	1	4	-1	-4	1	1	11	8	1	6	1	1	10	13	0	-1	3	8	-7
-3	-4	1	11	-12	-2	1	1	2	-7	3	6	1	1	13	-12	-2	-1	3	10	-10
-1	-4	1	8	-6	0	0	1	2	1	5	6	1	1	11	11	4	0	3	17	16

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO NEUTRON B-REFLEXE														PAGE 2	
H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	
2	-1	3	20	22	-4	5	3	35	-34	-4	7	5	11	-9	
4	-1	3	13	7	-2	5	3	10	-4	-2	7	5	13	15	
-6	0	3	12	12	0	5	3	28	-27	0	7	5	18	-16	
-7	-1	3	5	-2	2	5	3	10	10	2	7	5	7	5	
-5	0	3	8	-6	4	7	3	66	66	2	7	5	11	-9	
-3	0	3	5	-1	2	5	3	20	-21	0	7	5	13	11	
-1	0	3	5	4	-5	6	3	19	16	-7	6	5	41	-40	
1	0	3	6	-3	-5	6	3	30	29	-5	6	5	11	13	
3	0	3	4	3	-1	6	3	24	25	4	7	5	29	29	
5	0	3	11	-8	1	6	3	53	54	-1	6	5	18	18	
-6	1	3	39	-38	1	6	3	12	11	3	6	5	13	10	
-4	1	3	9	7	-6	7	3	6	-1	-6	5	5	36	35	
-2	1	3	15	-15	-4	7	3	13	13	-4	5	5	8	15	
0	1	3	18	-19	-2	7	3	20	20	-4	5	5	20	20	
2	1	3	12	-7	0	7	3	12	12	0	5	5	14	15	
4	1	3	21	-23	2	7	3	7	-7	2	5	5	20	20	
6	1	3	15	-13	4	7	3	58	-58	4	5	5	11	9	
-7	2	3	49	-48	-5	8	3	39	-39	-7	4	5	24	23	
-5	2	3	14	11	-1	8	3	30	-29	-5	4	5	16	-53	
-1	2	3	26	-25	3	8	3	62	-64	-3	4	5	52	-17	
1	2	3	14	-5	-4	9	3	25	26	-1	4	5	15	15	
3	2	3	9	9	-2	9	3	25	-26	1	4	5	26	-28	
5	2	3	27	-26	0	9	3	4	-5	1	4	5	20	-19	
-6	3	3	9	-11	-5	10	3	60	62	-6	5	5	3	-28	
-4	3	3	31	33	-2	10	3	7	-6	5	5	5	25	36	
-2	3	3	13	12	-2	9	5	31	-30	-6	4	5	18	18	
0	3	3	9	7	0	9	5	32	-32	-2	4	5	9	4	
2	3	3	9	5	2	9	5	9	-9	0	3	5	37	40	
4	3	3	26	26	-5	8	5	11	-5	4	3	5	32	37	
-7	4	3	6	-2	-3	8	5	13	-8	7	2	5	24	26	
-5	4	3	17	15	-1	8	5	14	-17	-5	2	5	7	28	
-1	4	3	4	-6	3	8	5	4	2	-3	2	5	6	-19	
3	4	3	0	4	-3	8	5	30	-31	-1	2	5	19	19	
5	4	3	9	-5	-1	2	5	42	40	-1	2	5	31	31	

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR ANIOO NEUTRON 8-REFLEXE

PAGE 3

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-2	-9	7	5	-5	-3	-2	7	6	-6	4	3	7	15	-13	-6	-7	9	42	-42
0	-9	7	18	20	-1	-2	7	23	-22	-7	4	7	30	29	-4	-7	9	11	-1
2	-9	7	25	-29	1	-2	7	12	6	-5	4	7	13	-12	-2	-7	9	29	-29
-1	-8	7	38	-42	3	-2	7	30	-28	-3	4	7	21	20	0	-7	9	12	-12
3	-8	7	27	-27	-6	-1	7	63	-63	-1	4	7	27	25	-5	-6	9	42	42
-6	-7	7	21	20	-4	-1	7	24	23	1	4	7	7	-6	-3	-6	9	13	13
-4	-7	7	8	4	-2	-1	7	38	-37	3	4	7	31	31	-1	-6	9	3	-4
-2	-7	7	7	-6	0	-1	7	9	-10	-6	5	7	20	21	1	-6	9	32	33
0	-7	7	16	11	2	-1	7	39	-39	-4	5	7	19	18	-6	-5	9	14	-13
2	-7	7	10	-5	4	-1	7	12	-10	0	5	7	23	20	-4	-5	9	31	30
-5	-6	7	8	3	-7	0	7	13	-12	2	5	7	10	1	-2	-5	9	36	-35
-3	-6	7	22	15	-5	0	7	7	4	-7	6	7	64	-63	0	5	9	18	15
-1	-6	7	15	-1	-3	0	7	5	4	-5	6	7	7	7	2	-5	9	19	-16
1	-6	7	14	17	-1	0	7	11	-7	-3	6	7	46	-46	-7	-4	9	9	9
3	-6	7	32	31	1	0	7	27	25	-1	6	7	33	-32	-5	-4	9	32	29
-6	-5	7	46	45	3	0	7	13	-13	1	6	7	17	-16	-3	-4	9	9	-7
-2	-5	7	29	-29	-8	1	7	24	24	3	6	7	44	-44	-1	-4	9	7	2
-4	-5	7	3	-4	-6	1	7	20	10	-6	7	7	17	-17	1	-4	9	9	10
0	-5	7	11	-10	-4	1	7	13	12	-4	7	7	13	13	3	-4	9	9	-9
2	-5	7	0	1	-2	1	7	19	19	0	7	7	9	7	-6	-3	9	9	9
-7	-4	7	32	32	0	1	7	14	15	2	7	7	18	2	-4	-3	9	27	27
-5	-4	7	10	10	2	1	7	21	18	-5	8	7	61	62	-2	-3	9	23	25
-3	-4	7	9	8	4	1	7	26	26	-3	8	7	19	16	0	-3	9	15	17
-1	-4	7	9	4	-7	2	7	46	46	-1	8	7	25	25	2	-3	9	20	23
3	-4	7	8	3	-5	2	7	23	-23	1	8	7	58	59	-7	-2	9	6	6
1	-4	7	13	13	-3	2	7	11	10	-4	9	7	14	-10	-5	-2	9	12	8
-6	-3	7	14	-1	-1	2	7	3	6	-2	9	7	15	16	-3	-2	9	7	-7
-2	-3	7	21	22	1	2	7	18	-16	-1	10	9	12	16	-1	-2	9	11	-2
-4	-3	7	11	13	3	2	7	10	8	-4	-9	9	7	7	1	-2	9	40	-40
0	-3	7	18	18	-6	3	7	18	16	-2	-9	9	34	34	3	-2	9	13	12
4	-3	7	12	9	-4	3	7	44	-44	0	-9	9	25	30	-6	-1	9	62	-63
-7	-2	7	25	-34	-2	3	7	16	12	-3	-8	9	4	-4	-4	-1	9	33	-33
-2	-2	7	33	-34	0	3	7	21	-22	-1	-8	9	14	-11	-2	-1	9	19	-20
-5	-2	7	20	-12	2	3	7	11	-6	1	-8	9	3	-6	0	0	9	30	-31

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR										AN100				NEUTRON				B-REFLEXE				PAGE 4			
H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	
-1	6	9	12	-8	-4	-5	11	41	41	-2	-1	11	11	11	-2	3	11	10	4	-3	-4	13	21	-18	
-1	6	9	17	-16	-2	-5	11	18	14	-7	0	11	20	19	-5	0	3	11	14	-4	-3	13	31	-33	
-6	7	9	12	11	0	-5	11	10	9	-7	0	11	20	-20	-3	4	11	12	11	-2	-3	13	28	-26	
-4	7	9	42	42	-5	-4	11	6	2	-3	0	11	9	-4	-3	4	11	51	-51	-5	-2	13	59	59	
-2	7	9	40	40	-3	-4	11	13	-10	-1	0	11	23	-23	-3	1	4	11	8	-3	-2	13	20	16	
0	7	9	32	34	-1	-4	11	5	1	1	0	11	23	-23	-6	5	11	30	-31	-1	-2	13	50	48	
-5	8	9	21	21	1	-4	11	42	-42	-6	1	11	8	0	-4	5	11	8	3	-4	-1	13	25	25	
-3	8	9	10	9	-6	-3	11	31	-30	-4	1	11	23	-23	-2	5	11	21	-21	-3	0	13	65	-64	
-1	8	9	29	30	-4	-3	11	13	8	-2	1	11	5	-1	0	5	11	5	-2	-1	0	13	8	-3	
-2	9	9	42	-43	-2	-3	11	33	-35	0	1	11	11	-10	-5	6	11	22	23	-4	1	13	11	-5	
-4	7	11	21	-21	0	-3	11	13	-14	-7	2	11	9	1	-3	6	11	30	31	-2	1	13	12	7	
-2	7	11	11	-11	-7	-2	11	10	10	-5	2	11	18	21	-1	6	11	21	21	-5	2	13	6	9	
0	7	11	4	-7	-3	-2	11	6	5	-3	2	11	10	10	-4	7	11	15	14	-3	2	13	8	10	
-5	-6	11	9	-10	-1	-2	11	13	12	-1	2	11	25	23	-2	7	11	10	9	-3	4	13	14	-15	
-3	-6	11	7	-8	1	-2	11	24	23	1	2	11	10	4	-4	-5	13	9	6	-2	3	13	28	-28	
-1	-6	11	17	15	-6	-1	11	10	8	-6	3	11	22	23	-5	-4	13	36	-38	-3	4	13	28	28	
-6	-5	11	23	-21	-4	-1	11	10	-6	-4	3	11	26	25											

TABLE C 13.3

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR

AN100 NEUTRON

C-REFLEXE

PAGE 1

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
-1	1	13	30	25	5	1	1	17	-14	-3	-1	9	109	111	-3	-3	13	59	-60
-3	1	13	20	-19	3	1	1	34	-29	-1	-1	9	86	-85	-1	5	11	12	12
-5	1	13	17	-17	-1	1	1	7	-6	1	-1	9	80	77	-3	5	11	11	11
1	1	11	35	-32	-3	1	1	30	27	3	-1	9	88	88	-7	3	3	56	58
-1	1	11	30	8	-5	1	1	7	3	-7	-1	11	75	75	-3	3	1	17	11
-3	1	11	27	24	-7	1	1	35	34	-5	-1	11	45	-47	-5	3	1	41	40
-5	1	11	33	-24	-3	-1	1	45	-45	-3	-1	11	27	-26	-7	3	1	20	-18
-7	1	11	56	53	-1	-1	1	12	9	-1	-1	11	100	100	-7	-3	1	36	34
3	1	9	41	-32	-3	-1	1	48	-49	1	-1	11	56	-58	-7	-3	1	41	-42
1	1	9	36	30	1	-1	1	16	-15	-5	-1	13	22	-20	3	-3	1	42	41
-1	1	9	47	-40	3	-1	1	45	45	-3	-1	13	22	-19	5	-3	1	16	13
-3	1	9	53	42	5	-1	1	11	7	-1	-1	13	33	32	-7	-3	3	63	-61
-5	1	9	35	-33	-7	-1	1	57	-55	-1	-1	13	9	-4	1	-3	3	14	-5
-7	1	9	31	25	-5	-1	3	33	-32	-5	3	13	73	73	3	-3	3	19	15
3	1	7	35	-34	-3	-1	3	14	8	-5	3	11	45	44	5	-3	3	47	46
1	1	7	29	19	1	-1	3	9	7	1	3	11	74	-75	-7	-3	5	29	-26
-1	1	7	30	-30	-5	3	11	31	-17	-5	3	11	59	58	3	-3	5	15	-12
-3	1	7	0	5	-5	3	11	17	14	-5	3	9	8	0	5	-3	5	43	36
-5	1	7	0	-11	1	3	9	31	55	1	3	9	38	-33	-7	-3	7	12	14
-7	1	7	0	2	-5	-1	5	57	73	-1	3	9	73	72	-5	-3	7	36	-38
5	1	5	25	14	-7	-1	5	75	-73	-3	3	9	68	-68	-3	-3	7	31	32
3	1	5	26	-6	-3	-1	5	62	69	-5	3	9	11	-13	-1	-3	7	35	-35
1	1	5	24	-14	-1	-1	5	69	-69	-7	3	9	106	106	1	-3	7	37	40
-1	1	5	11	-11	1	-1	5	6	0	-7	3	9	13	5	1	-3	7	16	-16
-3	1	5	24	25	3	-1	5	66	67	3	3	7	26	-26	-7	-3	9	22	13
-5	1	5	22	-9	5	-1	5	86	-86	1	3	7	33	-32	-5	-3	9	30	-30
-7	1	5	0	6	-7	-1	7	78	80	-1	3	7	24	24	-3	-3	9	29	30
5	1	3	44	-42	-5	-1	7	56	-54	-5	3	7	32	31	-1	-3	9	29	-31
3	1	3	13	-12	-3	-1	7	93	-94	-7	3	7	23	-21	1	-3	9	34	33
-1	1	3	7	4	-1	-1	7	48	-50	-5	3	5	79	-79	3	-3	9	37	-35
-1	1	3	13	12	1	-1	7	63	67	3	3	5	30	29	-3	-3	11	46	46
-3	1	3	14	-13	3	-1	7	18	15	-3	3	5	67	70	-1	-3	11	49	-49
-5	1	3	33	34	-7	-1	9	68	-71	-5	3	5	39	-38	1	-3	11	40	41
-7	1	3	26	23	-5	-1	9	56	-57	-7	3	5	84	86	-5	-3	13	19	-20

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 NEUTRON C-REFLEXE

PAGE 2

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
3	-7	5	22	-22	3	5	5	0	-9	-5	7	5	33	35	-5	-7	9	21	-22
3	-7	7	45	-40	1	5	5	14	-11	3	7	3	54	59	-3	-7	9	28	29
-1	-7	11	10	6	-1	5	5	16	-15	1	7	3	26	-26	-1	-7	9	16	-16
-2	0	13	30	-30	-3	5	5	13	-11	-3	7	3	25	21	-5	-7	11	15	1
1	3	5	45	-44	5	5	3	24	28	5	7	1	41	-39	-3	-7	11	19	17
-1	3	5	27	-27	3	5	3	18	13	3	7	1	29	30	1	9	7	26	-25
1	3	3	43	-44	1	5	3	9	-9	1	7	1	16	21	-1	9	7	13	17
1	3	3	24	24	-1	5	3	21	16	-1	7	1	30	-21	-3	9	7	20	-20
-1	3	3	7	3	-3	5	3	12	5	-5	7	1	23	-24	-5	9	7	19	7
5	3	1	32	31	3	5	1	23	22	-5	-7	1	60	62	1	9	5	46	-47
3	3	1	41	-43	1	5	1	15	18	-3	-7	1	20	-25	-1	9	5	14	13
1	3	1	12	10	-5	-5	7	92	91	-1	-7	1	15	24	-3	9	5	10	7
-1	3	1	12	-8	-3	-5	7	60	-60	1	-7	1	5	-1	-5	9	5	15	10
-5	-3	1	14	13	-1	-5	9	19	17	3	-7	1	14	16	3	9	3	10	2
-3	-3	1	34	-35	-7	-5	9	98	100	-5	-7	3	57	57	-3	9	3	33	29
-1	-3	1	28	27	-5	-5	9	25	-24	-3	-7	3	37	-38	1	9	3	8	14
-3	-3	3	13	-10	-3	-5	9	19	7	-1	-7	3	41	47	-5	9	3	11	2
-1	-3	3	8	9	-3	7	11	36	16	1	-7	3	45	-49	-3	9	1	16	-20
-5	-3	5	28	28	1	7	9	77	80	3	-7	3	23	27	1	9	1	14	16
-3	-3	5	39	-38	-1	7	9	105	-101	-5	-7	5	9	3	1	9	1	14	-13
-1	-3	5	9	12	-3	7	9	85	85	-3	-7	5	20	18	-3	9	1	28	26
1	5	9	22	18	1	7	7	28	36	-3	-7	5	13	-15	-5	9	1	19	-18
-1	5	9	22	24	-1	7	7	33	26	-1	-7	5	41	-43	-5	-9	1	12	2
3	3	7	22	18	-3	7	7	50	-53	-5	-7	7	22	20	-3	-9	1	60	-62
1	5	7	21	20	-5	7	7	46	-35	-3	-7	7	29	-29	-1	-9	1	30	34
-1	5	7	23	-23	-1	7	5	42	27	-1	-7	7	3	1	1	-9	1	61	-58
-3	5	7	11	14	-3	7	5	42	-37	1	-7	7	6	3	3	-9	1	21	21

TABLE C13.4

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR

AN100 NEUTRON

D-REFLEXE

PAGE 1

H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC	H	K	L	10FO	10FC
1	3	5	7	6	6	5	0	16	18	-4	-5	2	5	-1	1	3	0	2	4	1	8	13	20	
3	5	7	6	6	6	5	0	18	-19	0	-5	2	14	-2	3	0	2	14	-3	16	20	13		
5	7	6	6	0	0	6	0	4	7	4	-5	2	4	-1	5	0	2	7	0	0	16	13		
6	1	6	6	0	0	6	0	12	10	-6	-3	4	18	13	-6	1	1	8	-1	16	13	17		
-5	-3	-1	1	6	0	3	6	0	-4	-5	-4	2	16	16	0	1	2	9	-9	9	-5	-17		
-1	1	6	6	0	0	6	0	29	26	-3	-4	2	9	5	2	4	2	2	-1	4	-8	-4		
-6	3	5	6	0	0	7	0	20	22	-3	-4	2	0	-6	6	1	1	2	-2	27	-31	7		
-4	-2	7	7	0	0	7	0	7	-10	3	-4	2	14	-6	4	1	2	10	-9	12	13	1		
0	0	7	7	0	0	13	0	21	16	5	-4	2	3	-6	7	2	2	22	-22	12	10	1		
2	2	7	7	0	0	12	0	12	-11	-4	-3	2	22	21	-7	2	2	18	-16	11	1	1		
-5	-3	2	7	0	0	9	0	9	-9	0	-3	2	7	-9	-3	2	2	0	-2	15	5	-6		
-1	-3	8	8	0	0	15	0	15	-10	2	-3	2	0	-1	-1	2	2	3	0	-2	12	-2		
3	5	8	8	0	0	11	0	11	-8	-7	-2	2	9	10	3	4	4	5	-5	8	9	0		
5	7	8	8	0	0	16	0	16	3	-6	-3	3	5	1	-6	4	4	12	-7	9	8	0		
-6	3	8	8	0	0	12	0	12	-2	-5	-2	2	7	6	-4	3	2	9	-5	8	9	0		
-4	-3	8	8	0	0	9	0	9	14	-3	-2	2	11	-8	2	4	2	13	-15	15	11	15		
-2	-3	9	9	0	0	8	0	8	10	1	-2	2	0	-1	6	3	3	11	-6	12	8	3		
1	5	9	9	0	0	10	0	10	8	3	-2	2	11	2	-3	4	4	32	-32	15	12	8		
-6	-2	-6	-2	2	2	-8	2	-24	-21	-6	-1	2	6	-13	-5	4	4	10	-8	11	5	0		
-2	-2	-7	-2	2	2	-6	2	-21	-21	-2	-1	2	7	-1	-1	4	4	8	-2	9	9	0		
0	2	-7	-2	2	2	11	2	-14	-4	-4	-1	2	6	-4	1	5	2	6	-8	2	5	0		
2	2	-7	-2	2	2	5	2	0	0	0	-1	2	6	-4	-4	4	4	10	-8	9	9	0		
4	4	-7	-2	2	2	17	2	-19	0	4	-1	2	14	-16	-4	5	2	6	-8	0	9	0		
-5	-6	-6	-2	2	2	31	2	-33	2	-7	0	2	31	2	-5	6	2	18	-17	13	24	5		
-1	-3	0	0	2	2	9	2	-1	-6	-5	-3	0	9	-33	-1	3	2	2	0	-6	4	4		
				2	2	8	2	-1	-3	-1	0	0	8	-1	1	3	4	0	1	-4	15	2		
				2	2	9	2	-1	-3	-1	0	0	8	-1	1	3	4	0	1	-4	15	2		

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR AN100 NEUTRON D-REFLEXE

PAGE 2

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
4	-3	4	1	3	2	3	4	13	-8	-5	-6	6	6	9	-8	3	0	6	7
-7	-2	4	10	2	4	3	4	17	17	-3	-6	6	6	4	8	5	0	22	-18
-5	-2	4	10	10	-7	4	4	5	7	-1	-6	6	6	6	-2	-8	1	12	-11
-3	-2	4	8	-1	-5	4	4	5	0	-3	-6	6	6	7	6	-6	1	7	-2
-1	-2	4	15	-2	-3	4	4	6	2	-6	-5	6	6	19	20	-4	1	10	-7
1	-2	4	10	4	-1	4	4	6	3	-4	-5	6	6	9	-8	-2	1	0	4
3	-2	4	15	-12	1	4	4	0	-4	-4	-5	6	6	8	-8	0	1	6	12
-6	-1	4	13	9	5	4	4	19	22	-7	-4	6	6	17	15	2	1	6	11
-2	-1	4	36	38	-6	5	4	11	12	-5	-4	6	6	12	-15	-7	6	13	-7
0	-1	4	0	7	-4	5	4	6	3	-3	-4	6	6	0	4	-7	1	6	16
2	-1	4	0	0	1	5	4	6	0	-1	-4	6	6	15	-9	-5	2	6	11
4	-1	4	8	-2	2	5	4	10	-11	3	-4	6	6	16	16	-3	2	15	-8
-7	0	4	30	-27	-5	6	4	13	18	-6	-3	6	6	10	-10	-1	6	7	4
-5	0	4	8	-6	1	6	4	8	2	-4	-3	6	6	12	-9	3	6	15	3
-3	0	4	8	-4	3	6	4	12	-4	2	-3	6	6	8	-5	-6	8	8	6
-1	0	4	9	-5	-6	7	4	10	4	0	-3	6	6	10	-7	-4	8	12	20
1	0	4	8	-3	-2	7	4	17	-19	-7	-3	6	6	24	-24	-4	3	8	12
3	0	4	8	6	0	7	4	14	-12	-5	-2	6	6	0	-4	0	6	12	-10
5	0	4	18	-19	2	7	4	11	9	-3	-2	6	6	5	3	-3	4	7	4
-2	1	4	26	-28	4	8	4	6	11	1	-2	6	6	15	5	-1	4	7	11
-6	1	4	20	-9	-5	8	4	2	-4	3	-2	6	6	12	-5	1	6	8	4
0	1	4	0	3	-3	8	4	8	-10	5	-2	6	6	0	-1	3	6	7	1
2	1	4	7	13	1	8	4	5	-8	-8	-1	6	6	13	14	-6	5	8	13
-7	2	4	12	10	-1	8	6	12	-12	-2	-1	6	6	7	11	-4	6	8	12
-5	2	4	3	-1	1	-8	6	5	5	0	-1	6	6	4	6	-2	6	11	14
-3	2	4	7	13	3	-8	6	6	8	2	-1	6	6	15	-10	0	6	9	12
-1	2	4	15	0	-4	-7	6	5	5	4	-1	6	6	7	9	2	6	12	-3
3	2	4	0	0	-2	-7	6	0	6	-7	0	6	6	11	-13	-7	6	2	-8
5	2	4	6	-15	0	-7	6	15	5	-7	0	6	6	7	3	-5	6	6	6
-6	3	4	16	-15	2	-7	6	5	-11	-3	0	6	6	13	-13	-3	6	6	-10
-4	3	4	18	15	-4	-7	6	24	22	-1	0	6	6	16	-10	-1	6	13	-16
-2	3	4	1	1	-7	-6	6	20	24	1	0	6	6	8	-10	-6	7	29	-35

H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC	H	K	L	10FD	10FC
3	-2	8	8	13	1	4	8	4	8	-5	-4	10	25	30	-1	2	10	8	5
-6	-1	8	21	-24	3	4	8	7	-8	-3	-4	10	15	15	1	3	10	12	9
-4	-1	8	9	0	-6	5	8	11	14	1	-4	10	9	4	-6	3	10	3	-1
-2	-1	8	21	-14	-4	5	8	22	-23	-6	-3	10	3	-12	-4	3	10	32	34
0	-1	8	8	2	-2	5	8	5	0	-4	-3	10	21	21	-2	3	10	20	-19
2	-1	8	11	-1	0	5	8	11	12	-2	-3	10	7	-12	2	3	10	14	19
-7	0	8	5	1	2	5	8	7	-2	0	-3	10	13	-14	-7	4	10	11	-17
-5	0	8	9	-11	-5	6	8	9	-9	2	-3	10	19	17	-5	4	10	11	8
-3	0	8	20	19	-3	6	8	12	-18	-7	-2	10	0	-16	-3	4	10	4	-9
-1	0	8	11	-10	1	6	8	18	-6	-5	-2	10	5	-8	-1	4	10	8	-11
1	0	8	7	0	-6	7	8	11	2	-3	-2	10	9	-7	1	4	10	6	-4
3	0	8	8	-3	-4	7	8	25	25	-1	-2	10	11	-8	-6	5	10	5	-6
-6	1	8	9	-7	-2	7	8	4	-4	1	-2	10	13	-16	-4	5	10	17	-15
-4	1	8	31	33	-3	-8	10	19	-24	-6	-1	10	0	-1	-2	5	10	4	-2
0	1	8	21	-17	-1	-8	10	21	23	-4	-1	10	30	-28	0	5	10	9	-13
2	1	8	8	-6	-4	-7	10	28	-25	-2	-1	10	2	0	-5	6	10	11	8
-7	2	8	4	0	-2	-7	10	0	-3	0	-1	10	11	9	-1	6	10	30	32
-5	2	8	15	-16	0	-7	10	11	17	2	-1	10	21	-20	-4	7	10	31	-32
-3	2	8	8	8	-5	-6	10	15	10	-7	0	10	15	14	-2	7	10	18	17
1	2	8	15	13	-3	-6	10	11	-11	-5	0	10	15	-11	0	7	10	20	-22
-6	3	8	16	17	1	-6	10	24	27	-1	0	10	22	23	-2	-7	12	14	12
-2	3	8	11	11	1	-6	10	9	-6	1	0	10	9	-4	-3	-6	12	11	-9
0	3	8	9	0	-6	-5	10	14	-16	-6	1	10	4	4	-1	-6	12	16	14
2	3	8	10	-6	-4	-5	10	20	23	-4	1	10	13	-9	-4	-5	12	11	-10
-7	4	8	20	17	-2	-5	10	9	-10	0	1	10	15	13	-2	-5	12	28	27
-5	4	8	5	5	0	-5	10	17	-8	-7	2	10	15	-10	-5	-4	12	4	-1
-3	4	8	13	-11	2	-5	10	15	16	-5	2	10	12	3	-3	-4	12	6	-5
-1	4	8	11	13	-7	-4	10	13	-9	-3	2	10	20	18	-1	-4	12	8	13

TABELLE C 14.

Auswahl der d-Reflexe
mit Betrag größer 2 σ .
Die Beiträge der ein-
zelnen Atomsorten sind
getrennt aufgeführt.
Der h-Wert in dieser
Liste beträgt 0.046.

M	K	L	F ₀	F ₁	A ₀₀	A ₁₁₁	A ₂₂₂	F ₀₋₂
-6	1	0	21.87	22.03	-3.01	15.83	-1.17	-3.51
-6	1	0	22.04	21.21	-3.51	-14.51	-6.11	-1.37
8	3	0	22.15	22.35	6.29	7.72	8.13	3.13
1	4	0	23.79	21.52	15.73	5.83	-1.01	0.27
-7	6	0	21.02	21.07	6.44	5.65	8.38	-0.35
0	13	2	23.05	15.57	-13.77	-3.38	-4.71	5.08
-2	-9	2	26.02	25.10	14.26	6.86	3.38	0.32
-1	-8	2	23.79	20.52	9.46	7.73	3.27	3.27
-3	-7	2	23.84	21.36	-12.23	-3.82	-6.30	-0.32
4	-7	2	24.41	25.07	-14.57	-5.94	-4.55	-1.12
0	7	2	21.62	23.50	13.68	2.29	4.52	1.12
2	7	2	25.33	25.62	-13.83	-6.91	-4.31	-0.33
-1	-10	4	22.96	24.44	-8.47	9.68	-6.23	-1.49
0	-5	4	23.95	22.95	-16.58	-6.34	-0.12	1.33
5	-4	4	23.26	23.56	10.28	7.35	5.02	-0.31
-4	-3	4	23.72	24.84	-12.82	-6.21	-5.81	-1.12
0	-3	4	21.71	21.31	-16.55	-0.81	-3.35	1.41
-6	-1	4	37.53	36.93	6.89	19.59	17.45	0.60
-2	-1	4	22.33	22.15	13.61	6.53	2.30	-3.12
-4	-1	4	22.24	22.10	-4.31	-13.33	-7.78	0.15
-6	13	4	22.89	22.86	12.76	13.78	-3.69	-0.57
-4	13	4	21.83	20.78	-13.23	-11.11	3.57	1.36
-5	-14	6	22.54	21.89	-13.33	-10.33	1.74	0.65
0	-13	6	23.65	19.63	8.23	6.88	4.47	1.38
-1	-8	6	23.13	21.08	-13.54	-3.88	-4.35	-1.37
-5	-4	6	21.18	23.76	-6.56	-13.44	-3.75	3.42
-1	-6	6	21.71	20.22	-13.73	4.65	-11.38	1.49
-6	7	6	23.31	28.56	-6.93	-9.79	-6.68	1.63
-6	7	6	29.24	28.56	-4.75	-15.37	-4.44	0.68
5	10	6	21.69	21.30	-7.93	-13.58	-2.51	2.69
-7	-10	8	26.32	26.37	7.73	16.68	3.98	-2.35
-4	-9	8	23.43	22.87	12.85	13.33	-3.31	3.61
-2	-9	8	20.75	23.69	-14.34	-6.58	3.24	0.36
-9	-8	8	21.34	23.63	-6.95	-9.45	-4.23	3.71
-6	-8	8	23.93	23.62	-6.69	-11.87	-11.87	3.31
-5	-7	8	25.56	25.53	7.85	-15.24	-2.41	0.65
2	-3	8	24.87	25.13	-11.14	-6.34	-1.65	-3.26
-5	-2	8	25.56	25.82	-9.23	-14.79	-1.82	-3.26
-8	-1	8	27.17	27.73	-2.87	-19.53	-5.39	-0.62
-2	-1	8	23.28	19.86	-4.91	-13.63	-4.31	0.43
-3	0	8	22.24	22.83	13.48	-3.77	13.13	-3.59
-6	1	8	24.87	26.96	-3.41	22.11	14.83	-1.65
6	1	8	22.75	19.87	5.45	-13.33	-3.39	3.87
-3	12	8	21.39	24.34	-13.35	-9.93	-3.35	-2.35
-1	-14	10	21.64	21.97	10.58	8.95	2.43	2.67
-6	-13	10	27.63	27.31	-14.51	-9.65	-2.83	3.62
-4	-13	10	23.95	24.37	14.23	7.82	2.31	-3.42
0	-11	10	23.58	23.52	-14.84	-3.38	-5.59	-2.93
-6	-9	10	20.42	22.58	9.71	9.99	2.86	-2.16
1	-3	10	21.83	21.94	-11.52	-2.36	-7.45	-0.11
-4	-5	10	23.69	26.27	11.48	13.73	4.36	-2.79
-5	-4	10	23.26	21.44	1.55	9.51	13.37	-1.18
-4	-3	10	20.61	21.86	10.12	4.33	7.41	-1.25
-10	-1	10	23.69	23.57	-1.92	-15.10	-6.55	-0.38
-10	3	10	21.76	20.86	1.23	10.53	9.13	3.87
-4	3	10	25.56	26.33	4.34	8.39	13.66	-0.84
-2	-2	10	23.65	21.46	-5.63	-10.43	-5.43	3.03
-4	15	10	21.63	21.37	-8.62	-5.47	-7.27	3.23
-1	-12	12	22.15	23.72	15.83	-0.69	8.48	-1.57
-7	-10	12	26.02	26.36	-14.40	-8.35	-3.33	-0.06
-3	-10	12	33.85	31.59	-17.33	-10.25	-3.99	-0.73
-5	-8	12	38.45	38.04	16.35	16.96	5.61	3.41
-3	-8	12	21.39	20.69	-16.94	-2.13	-1.60	0.71
-1	-4	12	23.15	17.91	-11.71	-1.93	-4.26	2.24
-5	-2	12	22.36	22.18	8.11	2.64	11.42	0.18
-4	-1	12	20.65	20.39	4.47	9.67	6.25	0.26
-10	1	12	23.77	23.51	-2.46	-11.31	-6.74	0.26
-10	5	12	23.86	18.83	-1.36	9.22	13.67	2.95
-6	7	12	23.63	23.21	-3.91	-10.56	-8.73	0.42
-8	9	12	23.52	15.77	-1.56	9.21	8.12	4.75
-5	-12	14	23.35	21.61	12.45	11.98	-2.83	-1.55
-4	-11	14	22.36	22.75	-13.22	-4.76	-7.74	3.03
-2	-11	14	26.94	25.32	12.43	13.83	11.59	1.62
0	-9	14	22.54	22.28	-14.36	-1.58	-6.32	3.27
-9	-6	14	23.66	21.79	12.95	1.87	6.97	-1.12
-5	-6	14	29.24	32.75	11.72	5.87	15.15	-3.51
-7	-4	14	23.72	23.32	-13.88	-18.22	6.79	0.79
-4	-3	14	28.56	28.63	-9.00	-13.21	-9.42	-0.38
-2	-3	14	23.93	32.97	13.36	3.43	19.44	-3.34
-2	-9	14	22.52	21.88	8.36	13.27	2.84	1.24
-2	-8	14	25.33	24.95	-0.86	-12.34	-11.75	0.37
-8	5	14	24.64	29.74	2.14	15.83	11.77	-5.11
-6	-9	16	23.32	21.40	15.19	7.74	-1.45	1.54
-4	-9	16	29.70	28.91	-15.64	-7.46	-5.85	0.79
-4	-7	16	22.77	24.91	-16.23	-7.56	-0.23	-1.23
-2	-7	16	21.83	21.54	14.78	-3.12	9.86	0.68
-2	-1	16	21.69	23.11	10.07	7.83	2.20	1.58
-6	-3	16	21.28	21.35	-8.91	-3.85	-8.58	-1.34
-6	-3	16	21.28	21.11	4.34	3.96	12.79	0.16
-8	7	16	21.18	23.58	0.73	9.37	13.86	-2.77
-5	-6	16	21.33	20.18	-12.42	2.51	-13.26	1.11
-3	-6	16	24.41	23.29	13.65	-2.13	11.77	1.11
-7	-4	16	22.82	21.65	10.70	7.26	3.68	1.17
-3	-4	16	31.77	31.59	13.50	10.57	7.51	0.49
-8	-3	16	26.94	28.77	-13.12	-6.99	-11.05	-1.83

L I T E R A T U R V E R Z E I C H N I S

1. ADLHART W. Untersuchungen am Phasenübergang Anorthit-Disanorthit in Vorbereitung.
2. BROWN G.E., HAMILTON W.C., PREWITT C.T., SUENO S. Neutron diffraction Study of Al/Si Ordering in Sanidine: a Comparison with X-Ray Diffraction Data in: The Feldspars ed. W.S. Mac Kenzie, J. Zussmann, Manch.Univ.Press (1974).
3. CATICIA-ELLIS S. On the Use of Anomalous Scattering of X-Rays in the Solution of Centrosymmetric Structures. Acta Cryst. A15, (1962), 863.
4. COCHRAN W., WOOLFSON M.M. The Theory of Sign Relations Between Structure Factors. Acta Cryst. 8, (1955), 1.
5. COLE W.F., SÖRM M., KENNARD O. The Crystal Structures of Orthoclase and Sanidized Orthoclase. Acta Cryst. 2, (1949), 280.
6. COLELLA R. Multiple Diffraction of X-Rays and the Phase Problem. Acta Cryst. A30, (1974), 413.
7. COPPENS P. The Elimination of Multiple Reflection on the Four-Circle Diffractometer. Acta Cryst. A24, (1968), 253.
8. CZANK M. Strukturuntersuchungen am Anorthit im Temperaturbereich von 20°C - 1430°C. Dissertation Nr. 4976 der ETH Zürich.
9. FERGUSON R.B., TRAILL R.J., TAYLOR W.H. The Crystal Structure of Low-Temperature and High-Temperature Albite. Acta Cryst. 11, (1958), 331.
10. FREY F., JAGODZINSKI H., PRANDL W. Dynamic Character of the Primitive to Body-Centered Phase Transition in Anorthite. Phys.Chem.Min. 1, (1977), 227.
11. GAY P., TAYLOR W.H. The Structures of the Plagioclase Felspars. IV: Variations in the Anorthite Structure. Acta Cryst. 6, (1953), 647.
12. GERMAIN G., MAIN P., WOOLFSON M.M. On the Application of Phase Relationships to Complex Structures III. The Optimum Use of Phase Relationships. Acta Cryst. A27, (1971), 368.
13. GERMAIN G., MAIN P., WOOLFSON M.M. On the Application of Phase Relationships to Complex Structures II. Getting a Good Start. Acta Cryst. B26, (1970), 274.

14. GIACOVAZZO C. The Joint Probability Distribution Applied to a Weak Sign Relationship
Acta Cryst. A30, (1974), 481
15. HAMILTON W.C. Significance Tests on the Crytallographic R-Factor
Acta Cryst., 18, (1965), 532
16. HAMILTON W.C. Comparison of X-Ray and Neutron Diffraction Structural Results: A Study in Methods of Error Analysis
Acta Cryst., A25, (1969), 194
17. HARLOW G.E., BROWN G.E., HAMILTON W.C. Neutron Diffraction Study of Amelia Low Albite
Trans.Amer.Geophys.Union 54, (1973), 497
18. HAUPTMAN H., KARLE J. Solution of the Phase Problem. I. The Centrosymmetric Crystal
ACA Monograph No.3 Polycrystal Book, Pittsburgh (1953)
19. HEUER A.H., NORD G.L., LALLY J.S., CHRISTIE J.M. Origin of the (c) domains in Anorthite
in: Electr.Micr. [56]
20. JAGODZINSKI H., KOREKAWA M. Diffuse X-Ray Scattering by Lunar Minerals
Proc. 4th Lunar Sci.Conf.Geochem.Cosmochim.Acta Suppl.4 Vol.1, (1973), 933
21. JAGODZINSKI H., KOREKAWA M. Zur Kristallstruktur und Fehlordnung der Plagioklase
Z.Krist. 143, (1976), 239
22. KALUS C.K., PENZKOFER B. Vermeiden der Umwegenregung und Beobachtungen besonders drastischer Effekte
in Vorb.
23. KALUS C.K. 1. Inbetriebnahme des automatischen Einkristalldiffraktometers AED. 2. Strukturuntersuchungen an Glanzkobaalt.
Diplomarbeit (1970) Univ.München
24. KARLE J., KARLE I.L. The Symbolic Addition Procedure for Phase Determination for Centrosymmetric and Noncentrosymmetric Crystals
Acta Cryst. 21, (1966), 849
25. KEMPSTER C.J.E., MEGAW H.D., RADOSLOVICH E.W. The Structure of Anorthite
Acta Cryst. 15, (1962), 1005
26. KLEIN S., KOREKAWA M. Die gemittelte Struktur des Labradorits
N.Jb.Min. H2, (1976), 66
27. KOREKAWA M., HORST W. Struktur des Labradorits
Fortsch.Min. 52, (1974), 37
28. KOREKAWA M., HORST W. Superstructure of Labradorite
Abstr.4.3-17 in 10.Intern.Congr.Cryst.Amsterdam (1975)
29. LAVES F., GOLDSMITH J.R. Short Range Order in Anorthite
ACA Meeting Chicago Oct.1951, 10
reprint Acta Cryst. 7, (1954), 131

30. LAVES F., GOLDSMITH J.R. Cation order in anorthite as revealed by gallium and germanium substitution.
Z.Krist. 106, (1955), 213
31. LEHMANN M.S. The estimated Standard Deviation of a Step-Scan-Measured Bragg Reflection Intensity
J.Appl.Cryst. 8, (1975), 619
32. LIPSON H., COCHRAN W. The Determination of Crystal Structures
London: Bell (1953) 3rd ed. (1966)
33. LOEWENSTEIN W. The Distribution of Aluminum in the Tetrahedra of Silicates and Aluminates
Amer.Min. 39, (1954), 92.
34. MACKENZIE W.S., ZUSSMAN J. The Feldspars
Manch.Univ.Press, New York (1974)
35. MACLAREN A.C., MARSHALL D.B. Transmission Electron Microscope Study of the Domain Structures Associated with the b-, c-, d-, e- and f-Reflections in Plagioclase Feldspars
Contr.Min.Petr. 44, (1974), 237
36. MEGAW H.D. Notation for Felspar Structures
Acta Cryst. 2, (1956), 56
37. MEGAW H.D. Order and Disorder in the Feldspars I.
Min.Mag. 32, (1959), 226
38. MEGAW H.D., KEMPSTER C.J.E., RADOSLOVICH E.W. The Structure of Anorthite- $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$. II. Description and Discussion
Acta Cryst. 15, (1962), 1017
39. MEGAW H.D. The Architecture of the Feldspars. Tilts and Tetrahedra in Feldspars
in: The Feldspars [34]
40. MÜLLER W.F., WENK H.R., THOMAS G. Structural variations in anorthites
Contr.Min.Petr. 34, (1973), 304
41. OLSEN A. Lattice Parameter Determination of Exsolution Structures in Labradorite Feldspars
Acta.Cryst. A33, (1977), 706
42. PENZKOFER B., JAGODZINSKI H. Über eine neue Art von Überstrukturreflexen bei Plagioklasen
Phys.Chem.Min. in Vorb.
43. PHILLIPS M.W., RIBBE P.H. The Structures of Monoclinic Potassiumrich Feldspars
Amer.Min. 58, (1973), 263
44. POHL K.L. Phasenbestimmung bei zentrosymmetrischer Struktur durch Anwendung anomaler Röntgenstreuung
Diplomarbeit (1973) Univ.München

45. RENNINGER M. . "Umweganregung", eine bisher unbeachtete Wechselwirkungserscheinung bei Raumgitterinterferenzen
Z.Phys. 106, (1973), 141
46. RIBBE P.H., GIBBS G.V. Statistical Analysis and Discussion of Mean Al/Si-O Bond Distances and the Aluminum Content of Tetrahedra in Feldspars
Amer.Min. 54, (1969), 85
47. SHEELX Crystallographic Programs
University Chemical Laboratory, Cambridge
Version (1976), ed. G. Sheldrick
48. SMITH J.V. Feldspar Minerals
1. Crystal Structures and Physical Properties
2. Chemical and Textural Properties
Springer Verl. Berlin, Heidelberg, New York (1974)
49. SMYTH J.R. A Crystal Structure Refinement of an Anomalous Lunar Anorthite
Proc. 6th Lunar Sci.Conf. (1975), 821
50. TAYLOR W.H. The Structure of Sanidine and other Feldspar
Z.Krist. A85, (1933), 425
51. TAYLOR W.H., DARBYSHIRE J.A., STRUNZ H. An X-Ray Investigation of the Felspars
Z.Krist. 87, (1934), 464
52. TOMAN K., FRUEH A.J. The intensities and Fourier transforms of difference reflections
Acta Cryst. A29, (1973), 121
53. TOMAN K., FRUEH A.J. Patterson function of plagioclase satellites
Acta Cryst. A29, (1973), 127
54. TOMAN K., FRUEH A.J. Modulated Structure of Plagioclase
10th Intern.Congr.of Crystallogr.(1975), abstract 4.3-14
55. WAINWRIGHT J.E., STARKEY J. A Refinement of the Structure of Anorthite
Z.Krist. 133, (1971), 75
56. WENK H.R. Electron Microscopy in Mineralogy
Springer Verl. Berlin, Heidelberg, New York (1977)
57. X-RAY SYSTEM of Crystallographic Programs
Computer Science Center Univ. of Maryland
Vers.Jul. 70, ed. J.M.Stewart, F.A.Kundell, J.C.Baldwin
58. ZACHARIASEN W.H. Multiple Diffraction in Imperfect Crystals
Acta Cryst. 18, (1965), 705

Für die Themenstellung und viele befruchtende Diskussionen danke ich Herrn Prof. Dr. H. Jagodzinski.

Herr W. Schwarz führte die Röntgenmessung durch und war mir bei der Auswertung oft behilflich. Ihm sei an dieser Stelle Dank gesagt.

Herr Dr. C. Zeyen danke ich für die Durchführung der Neutronenmessung, ebenso Herrn Dr. A. Filhol für Hilfestellung bei der Auswertung.

Mit den Herren B. Penzkofer und Dr. W. Adlhart fand reger Gedankenaustausch statt. Für die Gesprächsbereitschaft und Überlassung von Ergebnissen bedanke ich mich.

Das Leibniz Rechenzentrum der Bayerischen Akademie der Wissenschaften stellte erhebliche Mengen an Rechenzeit zur Verfügung.

Frl. R. Hauke sei für ihre Mühe bei redaktioneller Arbeit gedankt.

Lebenslauf

von Christian Klaus Kalus, geboren am 27.6.1944 in Ratibor/Oberschlesien.

Eltern: Friedrich Wilhem Kalus und Ehefrau Käthe Maria geb. Dudel

Schule:

1950-1954	Volksschule in Nellingen a.F.
1954-1963	Gymnasium in Eßlingen a.N. mit Abschluß Abitur

Studium:

1963-1970	Studium der Mineralogie in Tübingen, Göttingen und München
1970	Abschluß der Diplomarbeit im Institut für Kristallographie mit dem Thema: "1. Inbetriebnahme des automatischen Einkristalldiffraktometers. 2. Strukturanalyse von Kobaltglanz (CoAsS)".

Industrietätigkeit:

1970-1972	Wissenschaftlicher Mitarbeiter in den Forschungslaboratorien der Siemens AG. Untersuchung der Alterungserscheinungen integrierter Schaltkreise mit dem Rasterelektronenmikroskop. Entwicklung eines Verfahrens zur quantitativen chemischen Analyse aufgedampfter Schichten auf Halbleiterplatten mit der Elektronenstrahlmikrosonde.
-----------	---

Hochschultätigkeit:

1972-1973	Wissenschaftlicher Angestellter im Institut für Kristallographie der Universität München.
1973-1978	Verwalter der Dienstgeschäfte eines wissenschaftlichen Assistenten.
ab Herbst 75	Anfertigung der vorliegenden Dissertation unter Leitung von Prof. Dr. H. Jagodzinski.

